الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

جامعة عمار ثليجي بالاغواط

UNIVERSITE AMAR TELIDJI, LAGHOUAT



كلية العلوم

Faculté des Sciences

قسم : علوم المادة

Département : Science de la Matière

MEMOIRE DE MASTER

Domaine: Sciences de la Matière
Filière : Physique
Option : Physique des matériaux

Présenté par
M^lle^. CHETTIH Sarah

THEME

Mesure des propriétés magnétiques des matériaux ferromagnétiques par bruit Barkhausen, Application aux aciers microalliés des pipelines

Soutenu Publiquement devant la commission d'examen composée de:

Mr. GUIBADG Abdenacer	MCA	Président
Mr. LEFKAIER Ibn Khaldoun	PR	Examinateur
Mr. NAIDJATE Mohammed	MAA	Examinateur
Mr. HELIFA Bachir	MCA	Encadreur

Promotion 2016/2017

Dédicaces

Je rends grâce à dieu de m'avoir donné le courage, la volonté ainsi que la conscience d'avoir pu terminer mes études.

Je dédie ce modeste travail

A mes très chers ***mère*** *et* ***père*** *pour tout leur Amour, tendresse, encouragement, et pour leurs nombreux sacrifices. Que dieu me les garde.*

A toute la famille spécialement mon frère ***M****oussa, mes sœurs* ***M****eriem et* ***S****oumaïa.*

A toutes mes amies et spécialement ***O****mar,* ***A****bir², Hayat,* ***F****atima,* ***R****abab,* ***H****alima,* ***I****men,* ***Y****acine², et* ***M****essaoud.*

A tous mes collègues de la promotion pour ces années de fac inoubliables et tous les bons moments passés ensemble.

A touts les professeurs et enseignants qui ont contribué à ma formation le longe de mes études.

Et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin et m'avoir encouragé pour que ce travail soit possible.

Je vous dis merci.

Remerciements

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été effectuées au sein du laboratoire de physique des matériaux de l'université de Laghouat (LPM-UATL). Je remercie Monsieur ***Iben Khaldoun LEFKAIER****, de m'avoir accepté de faire part de son laboratoire durant la préparation de ce mémoire et de m'avoir honoré en acceptant de juger ce travail, mais aussi pour ses orientations et ses directives durant tout le parcours de mes études à l'université.*

Je tiens à remercier vivement mon directeur de mémoire Monsieur ***Bachir HELIFA****, pour la confiance qu'il m'a accordé en me proposant ce thème très intéressant. Sa bien vaillance sur le déroulement du travail, ses conseils, ses efforts, son encouragement, et surtout pour sa grande patience.*

Je remercier également Monsieur ***Abdenacer GUIBADG****, pour avoir accepté de présider le jury ce mémoire, et Monsieur* ***Mohammed NAIDJATE****, pour avoir accepté de faire partie de ce jury afin d'examiner et d'évaluer de ce travail.*

Mes remerciements se dirigent vers tous les enseignants du département des sciences de la matière de l'université de Laghouat et aussi au chef du département Monsieur ***Ahmed HAMDI*** *et son corps administratif. Merci pour tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce travail.*

Finalement mes vifs remerciements vont à mes parents et ma famille pour leur amour, encouragement, et leur effort moral et physique qui m'a permet d'atteindre ce niveau de connaissance. Aucun mot ne suffira pour vous dire merci.

Sommaire

Dédicaces .....

Remerciements .....

Liste des figures i

Liste des Tableaux iii

Introduction générale 1

Chapitre I : État de l'art

1. Introduction 3
2. Notions sur le magnétisme 3
   - 2.1 Historique 3
   - 2.2 Le magnétisme du point de vue microscopique 5
   - 2.3 Le magnétisme à l'échelle macroscopique 5
   - 2.4 Les différents comportements magnétiques au niveau atomique 7
     - 2.4.1 Le magnétisme désordonné « magnétisme ordinaire » 7
     - 2.4.2 Le magnétisme ordonné « magnétisme extraordinaire » 8
3. Le ferromagnétisme à l'échelle du cristal 11
   - 3.1 La microstructure ferromagnétique 11
     - 3.1.1 Les domaines de Weiss et parois de Bloch 12
     - 3.1.2 Courbe de première aimantation 13
     - 3.1.3 Cycle d'hystérésis 14
   - 3.2 Les matériaux ferromagnétiques dur et doux 15
   - 3.3 La perméabilité magnétique 17
4. État de l'art sur les systèmes de mesure des propriétés magnétiques 19
   - 4.1 Montage électroaimant 20
     - 4.1.1 Hystérésigraphe 20
     - 4.1.2 Perméamètre 21

4.1.3 Méthode fluxmétrique utilisant un Lock in 22
4.2 Méthode par bruit Barkhausen 23
5. Conclusion 25

Chapitre II : Mesure par bruit Barkhausen

1. Introduction 26
2. Dispositif de mesure 26
2.1 Montage globale 27
2.2 Chaine de mesure 28
2.2.1 Excitation magnétique 28
2.2.2 Circuit magnétique 28
2.2.3 Mesure du champ magnétique appliqué à l'échantillon 29
2.2.4 Détection de la réponse magnétique 31
2.3 Traitements de la réponse magnétique et paramètres de caractérisation 31
2.3.1 Cycle d'hystérésis 31
2.3.2 Obtention du signal Barkhausen brut 32
2.3.3 Signal RMS (Root Mean Square) 32
2.3.4 Détermination de la perméabilité incrémentale 33
3. Influence de la microstructure cristalline 37
4. Applications 38
5. Différents appareillages utilisés dans la technique par bruit Barkhausen 39
5.1 3MA 39
5.2 MikroMach 40
6. Conclusion 41

Chapitre III : Procédures expérimentales

1. Introduction 42
2. Dispositif de mesure 42
3. Procédures expérimentales 43
4. Matériaux étudiés 44
5. Résultats de mesures 45
   5.1 Mesure des harmoniques 45
   5.2 Mesure du bruit Barkhausen 48
   5.3 Mesure de la perméabilité incrémentale 50
6. Détermination de la perméabilité différentielle relative 52
7. Conclusion 54
Conclusion générale 55
Références 56

Liste des figures

Figure I - 1 - Une cuillère directive (à gauche) - Une boussole chinois (à droite) 4
Figure I - 2 Le magnétisme à travers les âges [AMA 10] 4
Figure I - 3 Structure atomique 5
Figure I - 4 Distribution aléatoire des moments paramagnétiques 8
Figure I - 5 Différentes classes de magnétisme ordonné 9
Figure I - 6 Transition ferromagnétisme-paramagnétisme 9
Figure I - 7 Transition ferrimagnétisme-paramagnétisme. 10
Figure I - 8 Comportement du flux magnétique pour chaque type de matériau 11
Figure I - 9 Aimantation d'un matériau ferromagnétique 12
Figure I - 10 Rotation continue de l'aimantation dans une paroi de Bloch 12
Figure I - 11 Courbe de première aimantation d'un matériau ferromagnétique et processus microscopiques correspondants 13
Figure I - 12 Courbe de première aimantation (OA) et le cycle d'hystérésis (ABCDEFA) d'un matériau ferromagnétique [AZZ 06] [BUI 11] 15
Figure I - 13 Différence entre un matériau doux (gauche) et un matériau dur (à droite) 15
Figure I - 14 Les grandes classes de matériaux magnétiques industriels [KED 06] 16
Figure I - 15 Classification des principaux types de matériaux magnétiques doux 17
Figure I - 16 Représentation de différentes perméabilités [MAZ 13] [ARB 16] 19
Figure I - 17 Schéma de principe de l'hystérésigraphe - méthode du transformateur 20
Figure I - 18 Cadre d'Epstein 20
Figure I - 19 (a) Méthode du perméamètre. (b) Détail de l'échantillon 21
Figure I - 20 Diagramme de mesure (à gauche). Cycle d'hystérésis et la perméabilité réversible (à droite), où (a) cycle d'hystérésis B-H, (b) Profils des valeurs absolue de la perméabilité réversible, et (c) la perméabilité magnétique incrémentale [RYU 01] [RYU 02] 23
Figure I - 21 Cycle d'hystérésis et évolution de la microstructure magnétique 23
Figure I - 22 Montage de G.H. Barkhausen 24
Figure I - 23 Mouvement de la paroi de Bloch 24

Figure II – 1 Schéma d'appareil complet Barkhausen [SOU 02] 27
Figure II – 2 Circuit magnétique 28
Figure II – 3 Signal Barkhausen brut 32
Figure II – 4 Comparaison des signaux Barkhausen brut et RMS 33
Figure II - 5 Signal imposé pour l'obtention de la perméabilité incrémentale 34
Figure II - 6 Cycles incrémentaux obtenus (après avoir été recentrés) 34
Figure II - 7 Famille de cycles mineurs centrés 35
Figure II - 8 Illustration de la méthode indirecte d'obtention de la perméabilité incrémentale . 36
Figure II - 9 Perméabilité incrémentale relative en fonction du champ de polarisation (comparaison des méthodes) 36
Figure II - 10 Microstructure magnétique-cristallin 37
Figure II – 11 Représentation schématique d'une structure composée de domaines à 90° et à 180° 37
Figure II – 12 Equipement et logiciel 3MA basé sur TCP-IP piloté par un PC 39
Figure II – 13 Système MikroMach pour la caractérisation électromagnétique [BOL 15] 40
Figure II – 14 Différents signaux obtenu par Le MikroMach et le 3MA 41

Figure III - 1 Capteur MikroMach piloté par ordinateur 42
Figure III - 2 Dimensions et aspect externe du capteur MikroMach 42
Figure III - 3 Positionnement du MikroMach sur l'échantillan durant les mesures 43
Figure III - 4 Signaux acquis par le MikroMach 43
Figure III - 5 Echantillons étudiés : aciers API 5L X52 (1), X52 (2), X70 et XC38 45
Figure III - 6 L'analyse harmonique du champ magnétique d'excitaton 45
Figure III - 7 Harmoniques des aciers X70, XC38, X52 (1), et X52 (2) 47
Figure III - 8 Mesure du bruit Barkhausen 48
Figure III - 9 Bruit Barkhausen (RMS) pour les aciers X70, XC38, X52 (1), et X52 (2) 49
Figure III - 10 Mesure de La perméabilité incrémentale 50
Figure III - 11 Perméabilité incrémentale pour les aciers X70, XC38, X52 (1), et X52 (2) 51

Liste des Tableaux

Tableau I - 1 Exemples de perméabilités relatives initiales et maximales..... 19

Tableau II - 1 Différents types de capteurs magnétiques et quelques aplications cleés [FER] . 30

Tableau III - 1 Conditions optimisées pour la mesure 44

Tableau III - 2 Composition chimique des échantillons étudié..... 44

Tableau III - 3 Mesures obtenues par l'analyse harmonique pour chaque échantiallan..... 47

Tableau III - 4 Mesures obtenues par bruit Barkhausen (signal RMS) pour chaque échantillon 49

Tableau III - 5 Propriétés obtenu par l'évolution de la perméabilité incrémentale aux cours de l'excitation magnétique pour chaque échantillon..... 52

Introduction générale

Les matériaux magnétiques sont au cœur du génie industriel et sont un élément moteur de son développement. La tendance du monde actuel au tout électrique fait que l'élaboration, la caractérisation, la modélisation et les applications des matériaux magnétiques constituent toujours des axes de recherche prometteurs.

Aujourd'hui, nombreuses applications industrielles utilisent l'enregistrement magnétique, la réfrigération magnétique, la résonance magnétique nucléaire, les micro-détecteurs rotatifs en résonance magnétique nucléaire, les capteurs magnétiques, le bruit audible d'origine magnétique dans les machines asynchrones, les périphériques de stockage magnétique, les disques magnétiques et organisation des ensembles de disques, le ferromagnétisme, les alliages magnétiques doux, les matériaux magnétiques doux cristallins, le magnétisme et métallurgie appliquée, des quasi cristaux magnétiques, les nanomatériaux magnétiques et leurs propriétés et applications, les couches minces et les nanostructures magnétiques, les alliages fer-nickel et fer-cobalt et leurs propriétés magnétiques, les matériaux magnétostrictifs et leurs applications, les aimants permanents et leurs importances, la magnétorésistance géante et l'électronique de spin, la lévitation magnétique, et la supraconductivité diamagnétique.

Il existe plusieurs méthodes bien connues pour mesurer les propriétés magnétiques des matériaux [CYR 07] [CHA 11] [HAM 15]. Une première méthode utilise un hystérésigraphe, une seconde méthode utilise un perméamètre, et une autre méthode fluxmétrique locale ; ce sont toutes des méthodes dites à montage électroaimant. Il existe une autre méthode basé sur le principe de bruit ferromagnétique ou bruit Barkhausen (BB) du nom de celui qui l'a mesuré pour la première fois en 1919 [BAR 19].

L'objectif de ce travail est la mesure des propriétés magnétiques de quelques matériaux ferromagnétiques où nous nous intéressons en particulier aux aciers alliés utilisés pour le transport des hydrocarbures sous une pression de service de 70, 52 bars, dont deux dénomination API X70, API X52 suivant la spécification imposée par la norme API 5L « American petroleum Institute », et le troisième matériau est le XC38, acier utilisé en fabrication mécanique.

Un appareillage récemment acquis au laboratoire de physique des matériaux de l'université de Laghouat *(LPM-UATL)*, le MikroMach fonctionnant sur le principe du bruit Barkhausen a été utilisé pour atteindre les objectifs qui ont été fixés, en l'occurrence les propriétés magnétiques des matériaux.

Pour mener à bien notre étude, le présent mémoire est structuré en trois chapitres :

Le premier chapitre est consacré à une recherche bibliographique sur le phénomène du magnétisme, les différents types de matériaux magnétiques, en particulier les

ferromagnétiques, leur microstructure magnétique, les ferromagnétiques dur et doux, la perméabilité magnétique et les différentes méthodes de mesure des propriétés magnétique.

Le second chapitre fait l'objet de la méthode de mesure par bruit Barkhausen, où nous présentons le principe de mesure par cette technique, le dispositif et les différentes signaux obtenues, et nous terminons par recenser quelques applications du bruit Barkhausen utilisées dans le domaine du contrôle non destructif des matériaux ferromagnétiques.

Le troisième chapitre est réservé à la présentation des résultats obtenus et leurs interprétations, plus particulièrement la présentation de mesure du bruit Barkhausen (RMS), l'analyse harmonique et la perméabilité incrémentale des aciers X70, X52 et XC38.

Chapitre I : État de l'art

1. Introduction 3
2. Notions sur le magnétisme 3
   2.1 Historique 3
   2.2 Le magnétisme du point de vue microscopique 5
   2.3 Le magnétisme à l'échelle macroscopique 5
   2.4 Les différents comportements magnétiques au niveau atomique 7
      2.4.1 Le magnétisme désordonné « magnétisme ordinaire » 7
      2.4.2 Le magnétisme ordonné « magnétisme extraordinaire » 8
3. Le ferromagnétisme à l'échelle du cristal 11
   3.1 La microstructure ferromagnétique 11
      3.1.1 Les domaines de Weiss et parois de Bloch 12
      3.1.2 Courbe de première aimantation 13
      3.1.3 Cycle d'hystérésis 14
   3.2 Les matériaux ferromagnétiques dur et doux 15
   3.3 La perméabilité magnétique 17
4. État de l'art sur les systèmes de mesure des propriétés magnétiques 19
   4.1 Montage électroaimant 20
      4.1.1 Hystérésigraphe 20
      4.1.2 Perméamètre 21
      4.1.3 Méthode fluxmétrique utilisant un Lock in 22
   4.2 Méthode par bruit Barkhausen 23
5. Conclusion 25

1. Introduction

Ce chapitre est consacré à l'analyse bibliographique sur les propriétés des matériaux ferromagnétiques et des méthodes de mesure de la perméabilité magnétique de ces matériaux.

Dans ce chapitre seront rappelés les principales notions du magnétisme à différentes échelles, les différentes classes de matériau selon leurs propriétés magnétiques, en particulier ferromagnétiques, le cycle d'hystérésis et la perméabilité magnétiques des matériaux ferromagnétiques.

2. Notions sur le magnétisme

Le magnétisme est un phénomène physique, par lequel se manifestent des forces attractives ou répulsives d'un objet sur un autre, ou sur des charges électriques en mouvement. De nombreux ouvrages traitent le sujet du magnétisme des matériaux tels que E.du Trémolet de Lacheisserie et al. [TRE 99], René Pauthenet [PAU 98], P.Brissonneau [BRI 97],… mais également et surtout Giorgio Bertotti [BER 98], et Chih-Wen Chen [CHE 86],…

2.1 Historique

Le plus ancien manuscrit mentionnant l'existence des pierres d'aimant est l'œuvre d'un écrivain chinois, Guanzhong (mort en 645 avant J.C.), mais des objets en matière magnétique ont été retrouvés sur des sites encore beaucoup plus anciens comme les tombes sumériennes, et égyptiennes prédynastiques (quatrième millénaire avant J.C.).

Les premiers aimants furent extraits sur le mont Sipyle, riche en minerais magnétiques, et proche d'une ville d'Asie Mineure nommée «Magnesia ad Sipylum» ; elle est donc bien à l'origine des mots «magnétisme» et «magnétite» [TRE 99].

Dans l'antiquité chinoise, on appelait «pierres tendres» les pierres d'aimant. C'est le nom général de tous les oxydes fortement magnétiques existant dans la nature et ayant un caractère de magnétisme permanent. Ce sont des minéraux magnétiques a base de fer : γ-Fe_2O_3, $FeO\text{-}TiO_2\text{-}Fe_2O_3$; parfois aussi FeS_{1+x}, et surtout la magnétite Fe_3O_4. Ce nom de «pierres tendres» a pour origine leur attirance pour les métaux ferreux, par analogie avec la tendresse que manifeste une mère à son enfant.

Les écrits des Chinois Gui Guzi et Han Fei (- 280 à - 233) montrent que le caractère de directivité vers les pôles géographiques terrestres des pierres d'aimant naturelles était également connu depuis fort longtemps. Le plus ancien «outil directif» connu a été fabriqué en Chine, sur le nom «cuillère directive», l'ancêtre de la boussole.



Figure I - 1 - Une cuillère directive (à gauche) - Une boussole chinois (à droite)

En 1779 Denis Diderot et Jean Lerond d'Alembert résument les connaissances de l'époque en magnétisme sous trois rubriques: La notion de pôles, la vertu attractive et la vertu communicative, et constatent l'absence d'une théorie sérieuse du magnétisme.

Les équations de l'électromagnétisme établies par le physicien écossais James Clark Maxwell en 1864 couronnaient un demi-siècle d'efforts et restent encore de nos jours la base analytique incontournable du magnétisme.

La fin du XIXe siècle et le début du XXe pour que soit abordée avec succès l'étude théorique des matériaux magnétiques. Pierre Curie (1859 - 1906) introduisit ou précisa les notions de diamagnétisme, de paramagnétisme et de ferromagnétisme et Paul Langevin (1872 -1946) celles de magnétisme induit et permanent ; ce dernier établit aussi la théorie statistique classique du paramagnétisme.

La figure I-2 représente une échelle historique de la découverte du magnétisme à travers les âges.

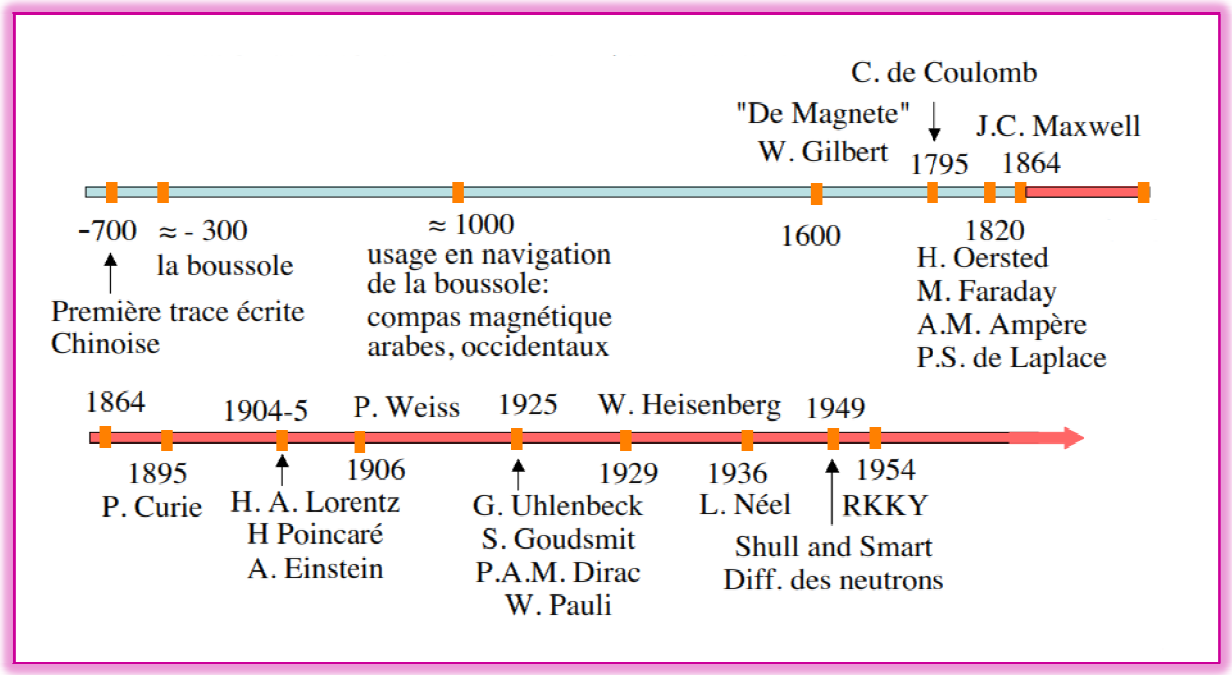


Figure I - 2 Le magnétisme à travers les âges [AMA 10]

2.2 Le magnétisme du point de vue microscopique

Au niveau atomique, les propriétés magnétiques d'un matériau sont attribuables à la contribution du moment magnétique de spin qui existe intrinsèquement dans chaque électron et à la contribution du moment orbital due à la rotation des électrons autour du noyau (figure I-3), et dont la superposition conduit au moment magnétique **m** de l'atome [TRE 99].

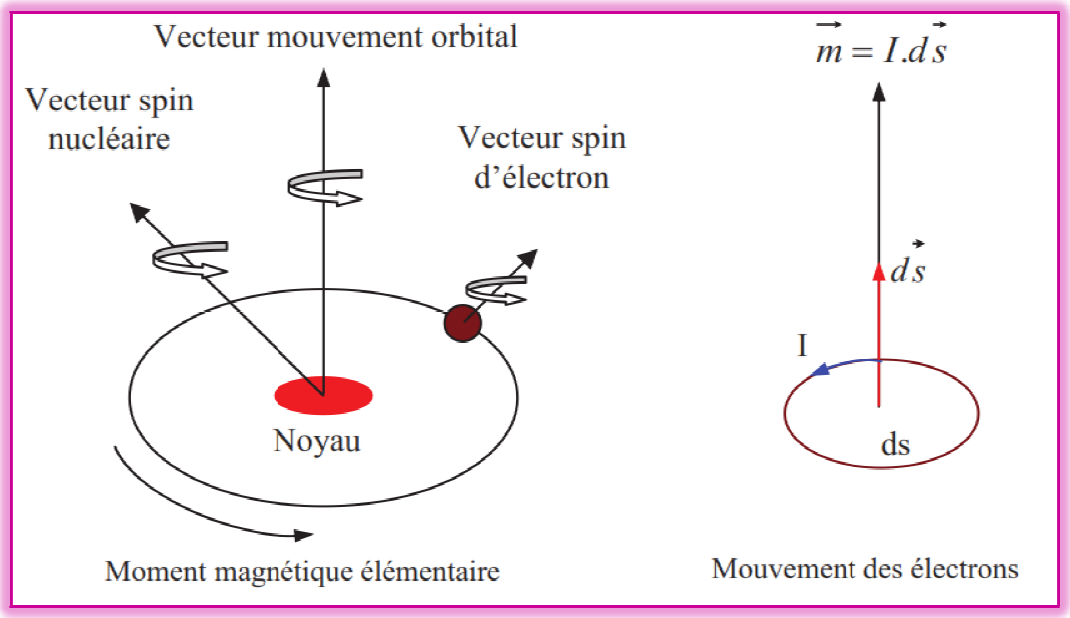


Figure I - 3 Structure atomique

Dans les états peu condensés de la matière (gaz, liquide), il n'y a pas d'interaction entre les moments magnétiques d'atomes proches voisins. En revanche, la situation peut être très différente dans les solides où les atomes porteurs de moments sont proches et ordonnés sur un réseau cristallin.

Le cas le plus simple et le plus intéressant pour les applications en ingénierie est le ferromagnétisme que l'on observe dans le fer, le cobalt, le nickel et la plupart de leurs alliages. L'alignement des moments magnétiques atomiques conduit à une sorte de magnétisme géant : l'induction à saturation est très grande.

2.3 Le magnétisme à l'échelle macroscopique

Les propriétés magnétiques d'un matériau peuvent revêtir des formes très diverses. D'un point de vue macroscopique, les différents comportements magnétiques sont définis selon le type de réponse magnétique délivrée sous l'application d'une excitation magnétique **H**. Les principales grandeurs magnétiques macroscopiques représentatives de ce comportement sont les suivantes [SIN 61] [CAT 95] :

- l'aimantation **M** correspond au moment magnétique par unité de volume (en A/m, 1A/m = 10 Gauss)

- l'induction magnétique **B** est la grandeur la plus importante dans l'étude du magnétisme. C'est elle qui permet d'évaluer les forces magnétiques. Lorsque l'induction est variable dans le temps, elle s'accompagne toujours d'un champ électrique. On pourra donc la détecter soit par une mesure de force mécanique soit par une mesure de tension électrique, elle est mesurée en Tesla ($1T = 10^4$ Gauss)

- Le champ magnétique **H** (A/m) est une grandeur directement liée au courant électrique si les phénomènes de propagation sont négligés. Le champ magnétique ne peut être mesuré directement.

D'autre part, on définit la susceptibilité magnétique $\boldsymbol{\chi}$ (sans dimension) ou la perméabilité magnétique $\boldsymbol{\mu}$ qui caractérise la nature magnétique d'un matériau.

- La perméabilité magnétique caractérise la faculté d'un matériau à modifier l'induction magnétique **B**, c'est-à-dire à modifier les lignes de flux magnétique. Cette valeur dépend ainsi du milieu dans lequel il est produit où l'induction magnétique varie avec l'excitation magnétique **H**.

- La susceptibilité magnétique est la faculté d'un matériau à s'aimanter sous l'action d'une excitation magnétique.

Ces différents paramètres sont reliés entre eux par les lois fondamentales suivantes (dans le système MKSA) :

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{H} + \vec{M}) \quad (I.1)$$

$$\text{et } \vec{M} = \chi\vec{H} \quad (I.2)$$

$$\text{d'où } \vec{B} = \mu\vec{H} = \mu_0\mu_r\vec{H} \quad (I.3)$$

$\boldsymbol{\mu_r}$ est la perméabilité relative du matériau et $\boldsymbol{\mu_0} = 4\pi.10^{-7}$ est la perméabilité du vide.

A titre d'exemples, on donne quelques ordres de grandeur d'inductions magnétiques mesurées :

- champ d'induction magnétique terrestre : 5.10^{-5} T

- électroaimant à noyau de fer : 1 à 2 T

- bobine supraconductrice : 6 à 8 T

2.4 Les différents comportements magnétiques au niveau atomique

Il existe différentes catégories de magnétismes, définies selon les caractéristiques de la réponse magnétique du matériau à l'application d'un champ magnétique extérieur [CAT 95] [JIL 91] [TEB 69] [CRA 65]. La nature magnétique d'un matériau est représentée par sa susceptibilité χ et/ou par sa perméabilité relative μ_r .

De façon générale, on distingue le magnétisme ordinaire, qui correspond à une faible sensibilité du matériau à l'application d'un champ magnétique extérieur, du magnétisme extraordinaire. En effet, les matériaux présentant une grande sensibilité à l'excitation magnétique ne constituent en réalité qu'une minorité.

2.4.1 Le magnétisme désordonné « magnétisme ordinaire »

Le magnétisme désordonné peut se présenter sous deux formes distinctes : le diamagnétisme et le paramagnétisme.

a) Le diamagnétisme

Les matériaux diamagnétiques sont caractérisés par des valeurs de susceptibilité faibles et négatives (de l'ordre de -10^{-6}), et, en conséquence, des valeurs de perméabilité relative $\mu_r < 1$. Pour une valeur de $\chi = -1$, le matériau est appelé diamagnétique parfait « les supraconducteurs » et ne présentent pas de moments magnétiques atomiques permanents. Le bismuth, les éléments non métalliques, l'or ou l'argent sont autant d'exemples d'éléments diamagnétiques. Lorsqu'on applique un champ magnétique à un tel matériau, les électrons des atomes auront tendance à créer un champ induit dans le sens inverse du champ appliqué, qui s'oppose ainsi à celui-ci (analogie avec la loi de Lenz en électromagnétisme).

Le diamagnétisme ne dépend pas de la température et est présent dans tous les matériaux. Cependant, il passe inaperçu dans les matériaux présentant des propriétés ferromagnétiques ou paramagnétiques puisqu'il constitue un phénomène négligeable par rapport aux autres.

b) Le paramagnétisme

Les matériaux paramagnétiques sont caractérisés par des valeurs de susceptibilités positives et se composent de moments magnétiques atomiques permanents. Par contre, l'orientation ainsi que les valeurs de ces moments élémentaires étant distribués aléatoirement dans la matière (figure I-4), le matériau paramagnétique ne présente aucune aimantation macroscopique en l'absence de champ appliqué. En effet, les interactions entre les différents moments atomiques sont nulles pour cette classe de matériaux.

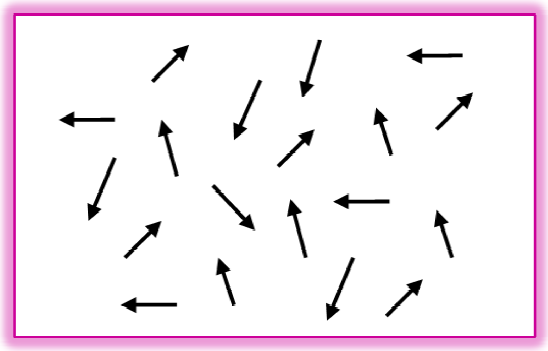


Figure I - 4 Distribution aléatoire des moments paramagnétiques

L'aluminium, le baryum, le calcium, le platine ou le magnésium sont des exemples d'éléments paramagnétiques.

Selon la théorie de Langevin, en présence d'un champ magnétique appliqué, les moments magnétiques atomiques auront tendance à s'aligner selon ce champ, malgré l'agitation thermique qui tend, elle, à atténuer ce phénomène. Ainsi, il en résulte une aimantation du matériau sous l'action de ce champ, dans le même sens que celui-ci. Cependant, l'amplitude de cette aimantation reste très faible et proportionnelle au champ appliqué. Il en résulte entre autres que ce type de matériaux ne présente pas d'aimantation rémanente.

En outre, le paramagnétisme est sensible à la température. En effet, la susceptibilité d'un matériau paramagnétique varie de façon linéaire avec l'inverse de la température selon la loi de Curie :

$$\chi = \frac{C}{T} \tag{I.4}$$

où C est la constante de Curie.

De façon générale, les valeurs positives de susceptibilité sont faibles (de l'ordre de 10^{-5}).

2.4.2 Le magnétisme ordonné « magnétisme extraordinaire »

On désigne par magnétisme extraordinaire les trois catégories suivantes : le ferromagnétisme, l'antiferromagnétisme et le ferrimagnétisme. Contrairement au magnétisme désordonné, il se caractérise par un réseau ordonné de moments magnétiques élémentaires atomiques (figure I-5).

Cet ordre étant plus ou moins respecté selon l'agitation thermique, tous les éléments présentant un magnétisme ordonné verront leurs propriétés magnétiques varier selon la température. Pour chacune des trois catégories de magnétisme extraordinaire, il existe donc un domaine de température de validité en dehors duquel tous ces matériaux ont un comportement paramagnétique, c'est à dire désordonné.

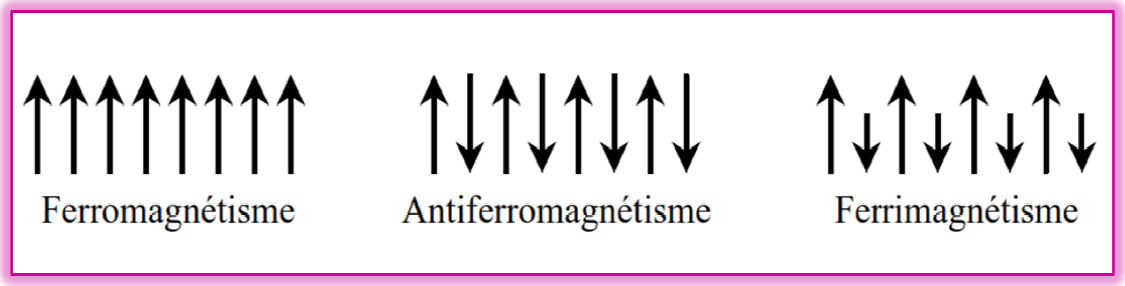


Figure I - 5 Différentes classes de magnétisme ordonné

a) Ferromagnétisme

Pour les matériaux potentiellement ferromagnétiques, il existe une température de transition appelée température de Curie (T_c) définie par le schéma représenté en figure I-6.

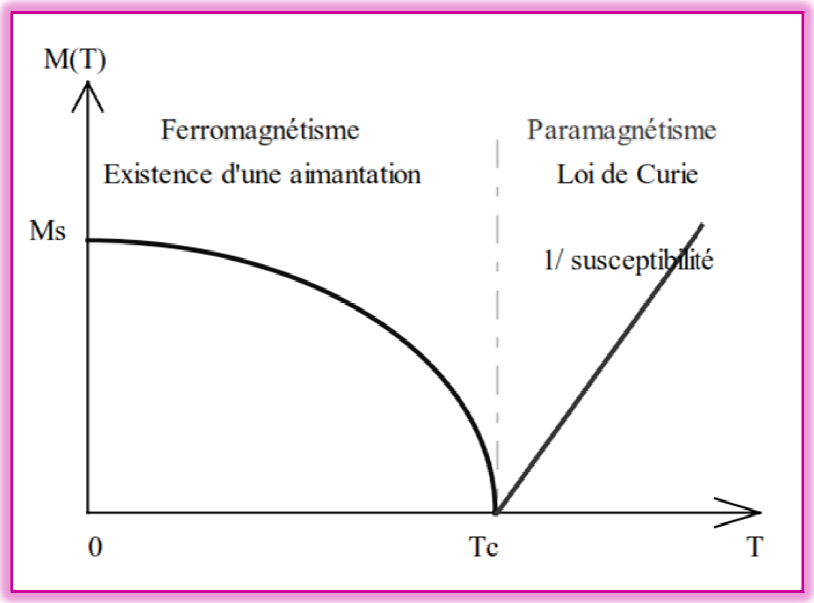


Figure I - 6 Transition ferromagnétisme-paramagnétisme

Dans le domaine paramagnétique ($T>T_c$), la susceptibilité magnétique du matériau suit la loi de Curie-Weiss :

$$\chi = \frac{C}{T-T_C} \qquad (I.5)$$

où **C** est la constante de Curie.

Au-dessous de cette température ($T<T_c$), le matériau ferromagnétique présente une aimantation spontanée due à l'alignement des moments magnétiques élémentaires dans la même direction.

Dans cette gamme de températures, les valeurs de susceptibilité sont très élevées, positives et fortement dépendantes de la température. En effet, plus la température est élevée, plus l'agitation thermique augmente et plus l'ordre ferromagnétique devient fragile.

Les éléments ferromagnétiques sont plutôt rares : le fer dans sa phase α, le cobalt, le nickel ou leurs alliages en sont des exemples.

b) Antiferromagnétisme

Pour les matériaux antiferromagnétiques, la température de transition $\mathbf{T_N}$ est appelée «Point de Néel». Au dessus de cette température, le matériau adopte un comportement de type paramagnétique.

Pour les températures inférieures, le matériau antiferromagnétique est globalement composé d'autant de moments atomiques dans un sens opposé que dans l'autre. Cette structure peut être assimilable à la coexistence de deux sous réseaux. Il en résulte une aimantation macroscopique nulle. Cette structure ne permet pas un alignement aisé des moments atomiques sous un champ magnétique appliqué.

Le chrome, le manganèse ou l'hématite sont des exemples d'éléments pouvant présenter un comportement antiferromagnétique.

c) Ferrimagnétisme

D'une part, le ferrimagnétisme peut être rapproché de l'antiferromagnétisme car il est composé de deux sous réseaux de moments élémentaires atomiques qui sont antiparallèles. D'autre part, il présente des similitudes avec le ferromagnétisme car les deux sous réseaux ne présentent pas de moments élémentaires de mêmes amplitudes. Il en résulte une aimantation macroscopique au même titre que pour un matériau ferromagnétique, mais de moindre amplitude.

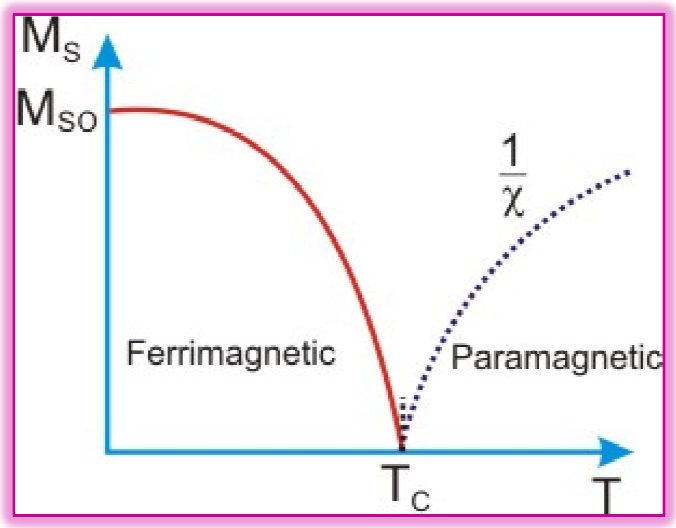


Figure I - 7 Transition ferrimagnétisme-paramagnétisme.

Une fois encore, il existe pour les matériaux ferrimagnétiques un domaine de température de validité en-dessous d'une certaine température de transition (Figure I-7).

Les matériaux ferrimagnétiques sont en général des oxydes ou céramiques isolantes, le plus connu étant l'hexaferrite de baryum ($BaFe_{12}O_{19}$).

Nous avons vu les différents types de matériaux magnétiques, la figure I-8 montre comment réagit la matière face à l'induction (au flux magnétique). Contrairement à une substance diamagnétique qui a tendance à repousser le flux magnétique (figure I-8.a), une substance paramagnétique canalise faiblement le flux (figure I-8.b) et une substance ferromagnétique canalise parfaitement et multiplie le flux magnétique (figure I-8.c), d'où l'utilité d'une telle substance dans différentes applications où l'on a besoin de canaliser un flux magnétique (les machines électriques, les transformateurs, le blindage magnétique, les aimants, les relais magnétiques...) [HAM 15].

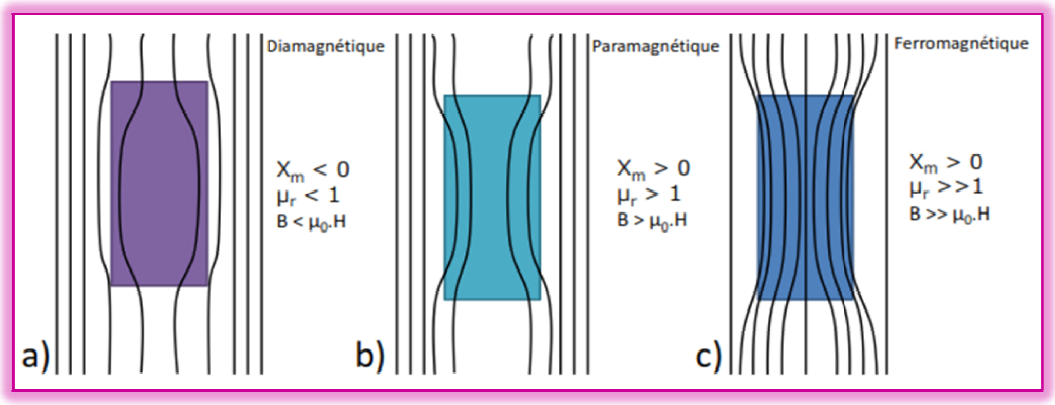


Figure I - 8 Comportement du flux magnétique pour chaque type de matériau

Dans notre recherche nous nous sommes intéressés aux matériaux ferromagnétiques et leurs caractéristiques magnétiques.

3. Le ferromagnétisme à l'échelle du cristal

3.1 La microstructure ferromagnétique

Trois métaux de transition (le fer **Fe**, le cobalt **Co** et le nickel **Ni**), la plupart des lanthanides (métaux de transition communément appelés terres rares), plusieurs alliages et les ferrites sont ferromagnétiques. La susceptibilité magnétique et la perméabilité magnétique ont des valeurs très élevées, qui peuvent aller de 10^1 à 10^6. La propriété caractéristique des matériaux ferromagnétique est qu'ils présentent une aimantation spontanée même en l'absence d'un champ magnétique extérieur. Cette propriété vient de l'aimantation spontanée des domaines magnétiques dont le matériau est composé, appelés domaines de Weiss, séparés par des parois, appelés parois de Bloch.

3.1.1 Les domaines de Weiss et parois de Bloch

Dans un matériau ferromagnétique, afin d'éviter le rebouclage des lignes de champ à l'extérieur, la matière se divise en domaines magnétiques (≅10 µm) appelés les domaines de Weiss. Dans chaque domaine, les moments magnétiques des atomes sont parallèles, c'est-à-dire chaque domaine est aimanté à saturation et présente une aimantation spontanée. En l'absence d'un champ magnétique extérieur, les moments magnétiques des domaines de Weiss sont orientés de façon chaotique et le corps est non aimanté (figure I-9.a). En présence d'un champ magnétique externe **H**, les domaines orientés favorablement par rapport au champ extérieur vont croitre au détriment des autres domaines et le matériau est faiblement aimanté (figure I-9.b). Quand le champ appliqué est suffisamment fort les domaines orientés défavorablement disparaissent et tous les domaines s'orientent dans la direction du champ appliqué (figure I-9.c) [CIU 01].

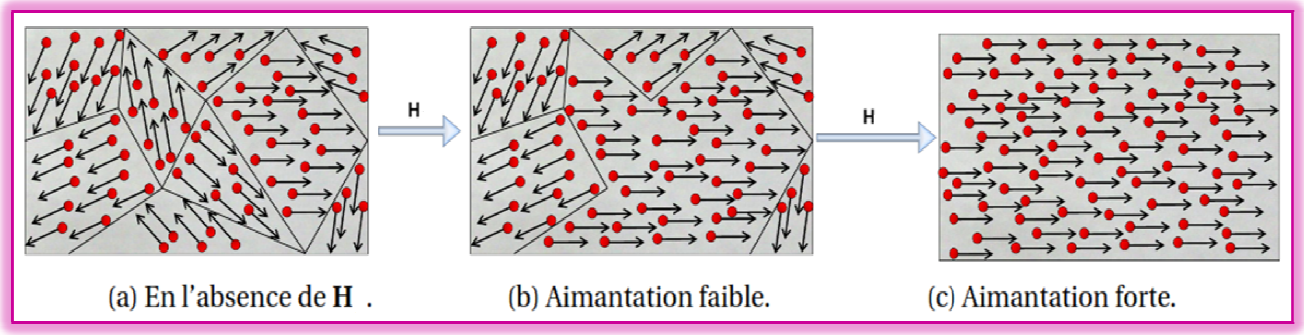


Figure I - 9 Aimantation d'un matériau ferromagnétique

La paroi de Bloch est la zone où les changements d'aimantation de deux domaines adjacents ont lieu de façon progressive, comme il est montré dans la figure I-10, l'épaisseur est de l'ordre de 10 nm. Un corps ferromagnétique ne se magnétise pas par la rotation des moments magnétiques des domaines de Weiss mais par le déplacement des parois de Bloch.

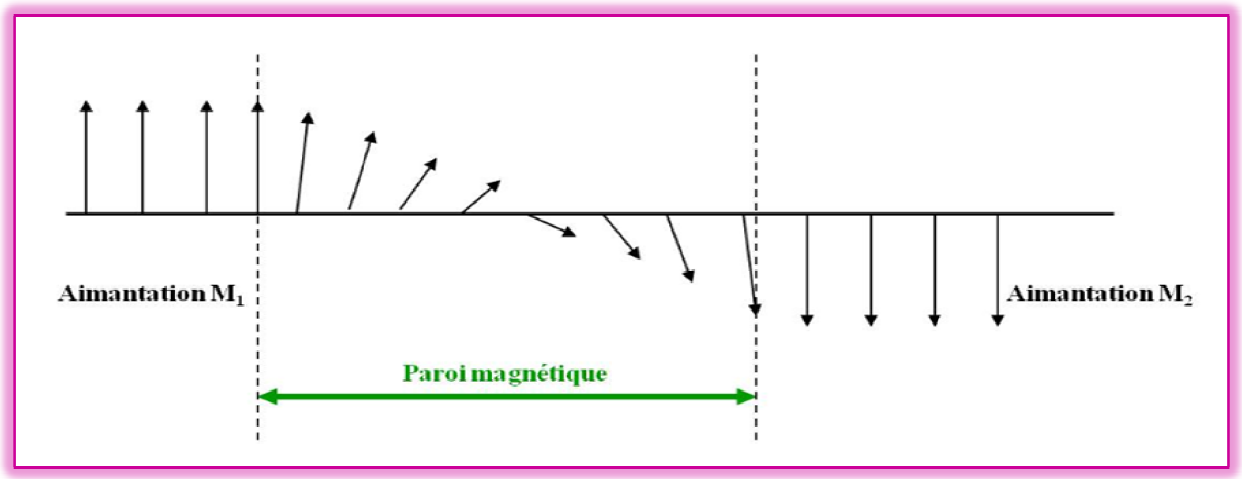


Figure I - 10 Rotation continue de l'aimantation dans une paroi de Bloch

De nombreuses techniques peuvent être utilisées pour visualiser ces domaines et parois magnétiques : la méthode des poudres, l'effet magnéto-optique KERR, la topographie X, l'effet Faraday, la microscopie électronique et les techniques neutroniques [TRE 99] [SOU 02].

3.1.2 Courbe de première aimantation

La structure en domaines de Weiss s'établit de manière à minimiser l'énergie totale. La moindre variation de sollicitation magnétique modifie cet état d'équilibre et donc la structure en domaines. Nous allons décrire maintenant comment se modifie cette structure en domaines.

Sous l'action du champ **H** croissant, les domaines et parois évoluent progressivement jusqu'à obtenir un seul domaine correspondant à une valeur critique $\mathbf{H_C}$ et une induction de saturation $\mathbf{B_S}$ (Figure I-11).

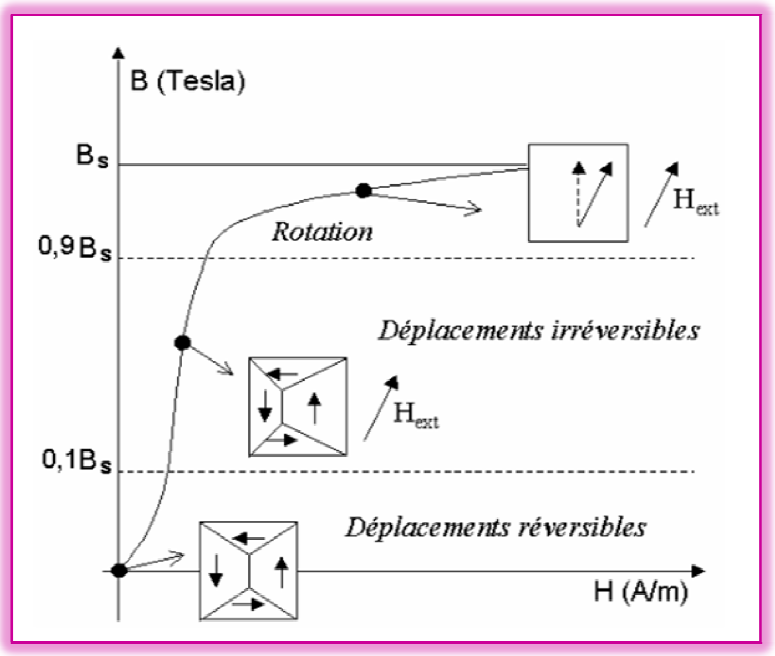


Figure I - 11 Courbe de première aimantation d'un matériau ferromagnétique et processus microscopiques correspondants

Cette évolution présente trois stades au fur et à mesure de l'augmentation du champ H d'excitation [IOR 03] (Figure I-11) :

1. Domaine de Rayleigh – domaine de l'aimantation initiale ou de champs faibles. Typiquement, l'aimantation ne dépasse pas 10% de l'aimantation à saturation et le champ appliqué est inférieur au champ coercitif. Sous l'effet du champ, les parois se déplacent ou se déforment, mais de manière réversible.

2. Domaine des champs intermédiaires. L'aimantation atteint 80% à 90% de l'aimantation à saturation. Le mécanisme prédominant de cette étape est représenté par le déplacement à grande distance des parois magnétiques, avec l'aimantation dirigée toujours dans une direction de facile aimantation proche de la direction du champ appliqué. Le processus est irréversible.

3. Domaine des champs forts. L'aimantation quitte la direction de facile aimantation pour s'aligner avec celle du champ appliqué **H**, le matériau devenant ainsi saturé. L'induction atteint la valeur à saturation $\mathbf{B_S}$. Le mécanisme de rotations des moments élémentaires est réversible.

3.1.3 Cycle d'hystérésis

Après saturation du matériau, une diminution de l'intensité du champ **H** donne naissance au comportement hystérétique du matériau ferromagnétique. L'hystérésis, du grec « HUSTEREIN = retard », implique la notion de retard à l'aimantation et à la désaimantation d'un métal.

Lorsque le champ **H** diminue (figure I-12), les domaines magnétiques commencent par s'orienter pour prendre, dans chacun des grains, l'orientation facile la plus proche de celle du champ appliqué (courbe AB). **H** diminuant encore, l'énergie magnétoélastique du cristal ou des cristaux monodomaine devient trop élevée et des domaines d'aimantations opposées germent puis se développent.

Lorsque le champ devient nul, une aimantation rémanente subsiste qui se traduit par une induction rémanente $\mathbf{B_r}$ (point B). Pour obtenir l'induction nulle, il faut appliquer un champ magnétique négatif (courbe BC). Le champ $\mathbf{H_C}$ correspondant est le champ coercitif (point C). Lorsque le champ augmente négativement, l'induction atteint une valeur minimale $-\mathbf{B_S}$ (courbe CD). Elle est portée à nouveau à saturation, mais dans le sens opposé.

Quand le sens et la valeur du champ rechangent, on décrit la courbe DEFA. L'aire du cycle d'hystérésis représente l'énergie dépensée, par unité de volume du matériau, par la réorientation des moments magnétiques des domaines et par le déplacement des parois.

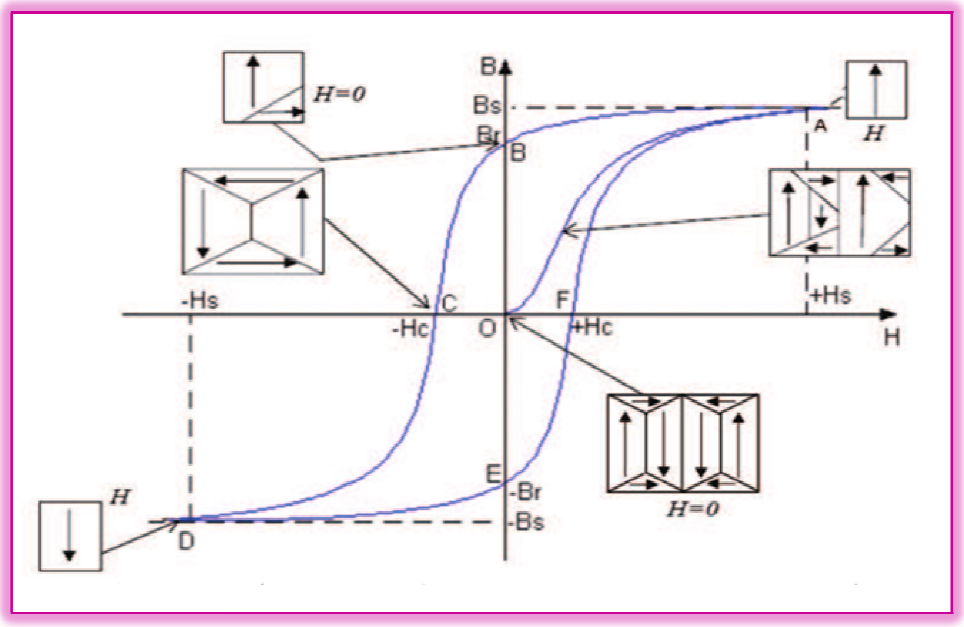


Figure I - 12 Courbe de première aimantation (OA) et le cycle d'hystérésis (ABCDEFA) d'un matériau ferromagnétique [AZZ 06] [BUI 11]

3.2 Les matériaux ferromagnétiques dur et doux

On distingue deux grandes familles de matériaux ferromagnétiques utilisées dans le domaine du génie électrique : les matériaux durs et les matériaux doux. Les substances sont classifiées selon leur niveau de champ coercitif. Le champ coercitif est la valeur du champ magnétique qui annule l'induction magnétique dans la substance après saturation. En effet, plus le champ coercitif est important plus le matériau est difficile à désaimanter, on dit qu'il est dur [HAM 15], (figure I-13). En revanche, plus le champ coercitif est moins important plus le matériau est facile à désaimanter, pour le doux.

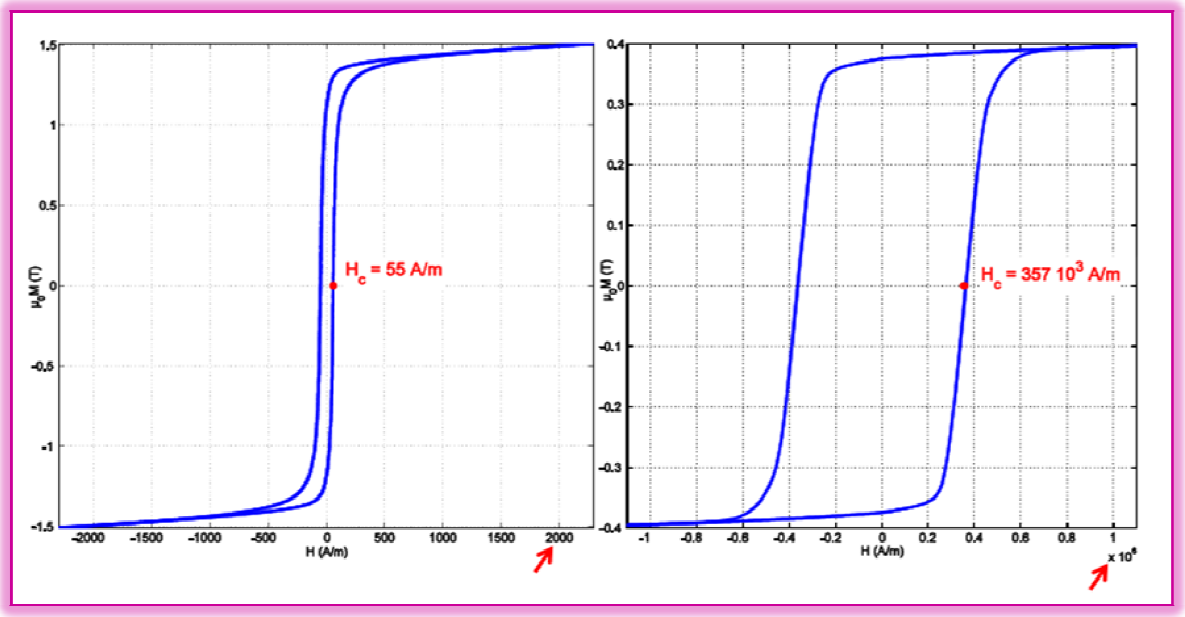


Figure I - 13 Différence entre un matériau doux (gauche) et un matériau dur (à droite)

Une classification des matériaux magnétiques les plus utilisées selon leur champ coercitif est représentée sur la figure I-14, au-delà de 10^4 A/m, le matériau est reconnu comme étant un matériau dur.

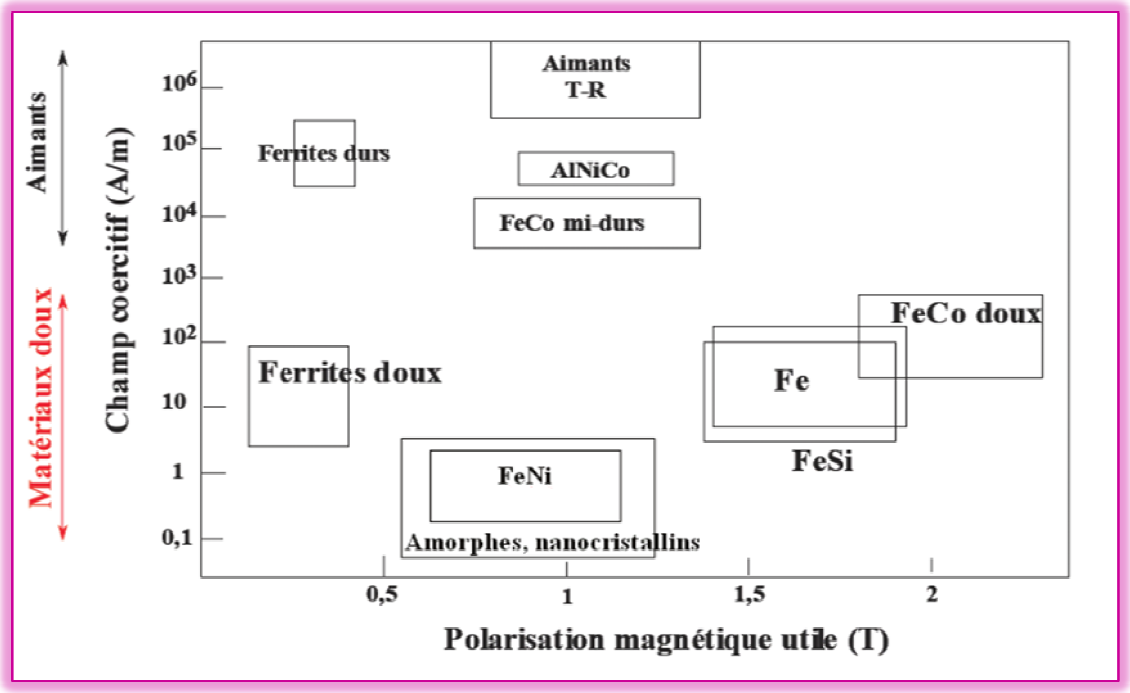


Figure I - 14 Les grandes classes de matériaux magnétiques industriels [KED 06]

Dans le cadre de notre étude, nous nous intéressons au comportement des matériaux ferromagnétiques doux. Ces matériaux doux possèdent un champ coercitif faible (en général inférieur à 1000A/m). Lorsque le champ extérieur varie, très peu d'obstacles s'opposent au déplacement des parois de Bloch et à la réorientation des domaines magnétiques. En d'autres termes, ces matériaux présentent peu de défauts dans leur structure cristalline, ainsi qu'une anisotropie réduite. Ils sont caractérisés par une très haute perméabilité, une induction à saturation $\mathbf{B_S}$ élevée et des faibles pertes par hystérésis. Les matériaux magnétiques doux peuvent être aimantés facilement à l'aide de champs magnétiques faibles. Ils sont utilisés dans les noyaux (ou circuits magnétiques) des transformateurs, des moteurs et des générateurs, dans les inductances de précision des circuits électroniques, les écrans magnétiques [BUI 11],… Le tableau de la figure I-15 présente les différentes classes des matériaux magnétiques doux usuels selon leur structure et leurs constituants [CYR 07].

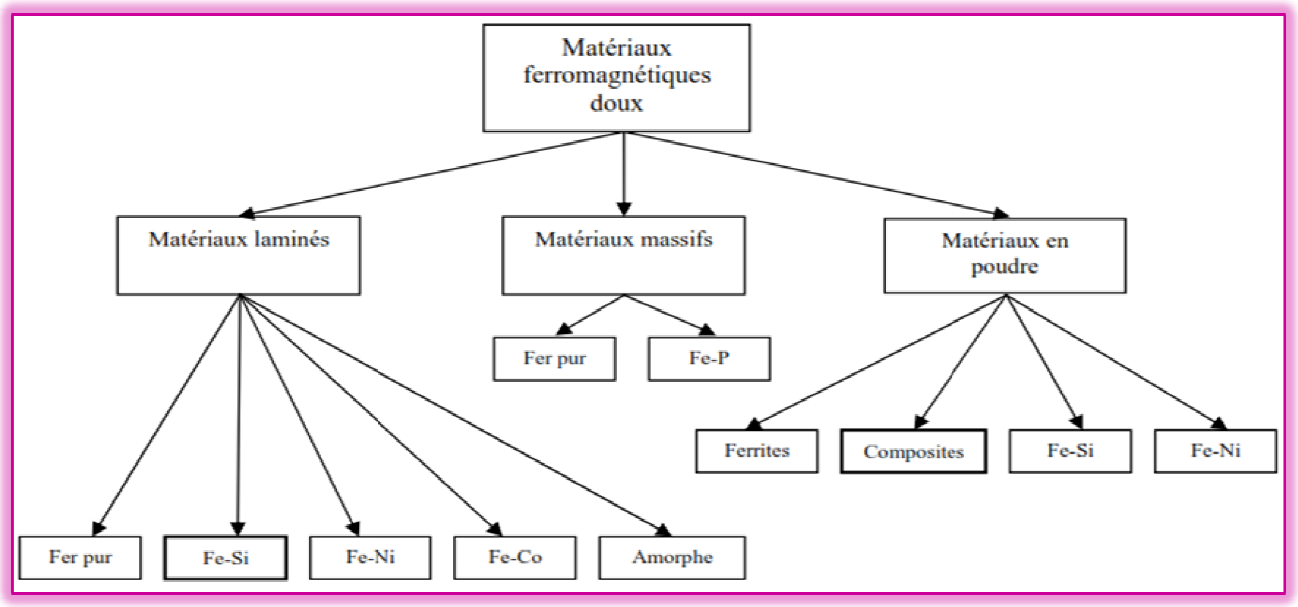


Figure I - 15 Classification des principaux types de matériaux magnétiques doux

3.3 La perméabilité magnétique

La perméabilité magnétique d'un matériau ferromagnétique est un paramètre beaucoup plus délicat à estimer et il peut dépendre de la température, du champ magnétique externe ou encore de la fréquence de travail. Elle représente la capacité d'un matériau à réagir à un champ magnétique d'excitation [COE 11]. La perméabilité magnétique est définie par un rapport entre **B** et **H** et peut être relative ; c'est-à-dire divisée par la perméabilité du vide $\boldsymbol{\mu_0}$. Du fait du comportement non linéaire et hystérétique des matériaux ferromagnétiques, différentes perméabilités peuvent être définies : la perméabilité absolue, initiale, différentielle, superposée et réversible. En effet, les types de perméabilité exposées dans la littérature sont nombreux et les définitions données parfois contradictoires selon leurs auteurs [HEC 74] [LEB 05].

- **Perméabilité absolue et la perméabilité relative**

En tout point sur la courbe **B**(**H**), la perméabilité absolue $\boldsymbol{\mu}$ [H/m] est définie par :

$$\mu = \frac{B}{H} = \mu_0 \mu_r \qquad (I.6)$$

Où $\boldsymbol{\mu}_r$ correspond à la perméabilité relative (sans dimension). La perméabilité $\boldsymbol{\mu}$ passe par un maximum $\boldsymbol{\mu}_{MAX}$ lorsque **H** varie. Les équations (I.1), (I.2) et (I.6) permettent la réécriture suivante de $\boldsymbol{\mu}_r$:

$$\mu_r = \chi + 1 \qquad (I.7)$$

- **La perméabilité initiale**

La perméabilité initiale $\boldsymbol{\mu_i}$ correspond à la perméabilité magnétique lorsque le matériau est désaimanté et excité à basse fréquence et à très faible champ. On peut définir $\boldsymbol{\mu_i}$ par l'équation suivante :

$$\mu_i = \lim_{H \to 0} \frac{B}{H} \tag{I.8}$$

- **La perméabilité différentielle**

La perméabilité différentielle $\boldsymbol{\mu_{DIF}}$ appelée, dans d'autres références, simplement perméabilité magnétique $\boldsymbol{\mu}$, représente la pente de la tangente en un point **B**(**H**) donné:

$$\mu_{DIF} = \frac{dB}{dH} \tag{I.9}$$

- **La perméabilité incrémentale**

La perméabilité incrémentale $\boldsymbol{\mu_\Delta}$ appelée, dans d'autres références, perméabilité superposée, est obtenue par une variation de champ autour d'un point de l'aimantation et s'écrit :

$$\mu_\Delta = \frac{\Delta B}{\Delta H} \tag{I.10}$$

Où **ΔB** et **ΔH** sont les valeurs crête-à-crête respectives de l'induction **B** et du champ **H** en un point donné **B**(**H**).

- **La perméabilité réversible**

La perméabilité réversible $\boldsymbol{\mu_{REV}}$, cas particulier de la perméabilité incrémentale, est obtenue par une très faible variation de champ. La perméabilité réversible peut s'écrire ainsi :

$$\mu_{REV} = \lim_{\Delta H \to 0} \mu_\Delta = \lim_{\Delta H \to 0} \frac{\Delta B}{\Delta H} \tag{I.11}$$

L'évaluation de la perméabilité magnétique, à l'exception des matériaux anisotropes, dépend de la direction d'aimantation étudiée. L'illustration de ces perméabilités est présentée par la figure I-16. Le tableau I-1 liste la perméabilité relative initiale et maximale de matériaux et d'alliages ferromagnétiques [Hay 16].

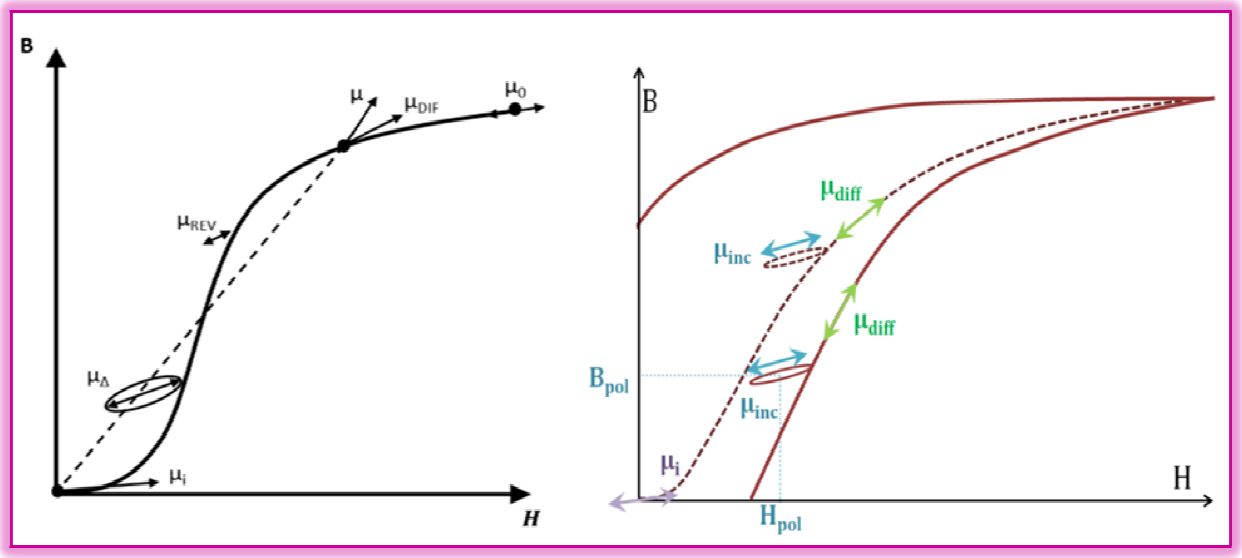


Figure I - 16 Représentation de différentes perméabilités [MAZ 13] [ARB 16]

Tableau I - 1 Exemples de perméabilités relatives initiales et maximales

Matériaux	Composition	μ_i/μ_0	μ_{MAX}/μ_0
Fer	99Fe	200	6 000
25Perminvar	45Ni-30Fe-25Co	400	2 000
Fer-Silicium	96Fe-4Si	500	7 000
Fer-Aluminium	96,5Fe-3,5Al	500	19 000
Alfer	87Fe-13Al	700	3 700
Acier doux	Fe-0,1C-0,1Si-0,4Mn	800	1 100
2V-Supermendur	49Fe-49Co-2V	800	4 000
Hypernik	50Fe-50Ni	4 000	70 000
78 Permalloy	78Ni-22Fe	4 000	100 000
Mumetal	77Ni-16Fe-5Cu-2Cr	20 000	100 000
Fer	99,9Fe	25 000	350 000
Sendust	85Fe-10Si-5Al	36 000	120 000
Supermalloy	79Ni-16Fe-5Mo	100 000	1 000 000

4. État de l'art sur les systèmes de mesure des propriétés magnétiques

Dans notre étude nous nous intéressons à la mesure des propriétés magnétiques des matériaux ferromagnétiques, mais la question qui se pose : comment mesure t-on ces propriétés ?

Il y a différents montages utilisés pour la mesure des propriétés magnétiques, nous suggérerons quelques montages les plus usuels.

4.1 Montage électroaimant

Afin de déterminer les propriétés magnétiques d'un matériau, il existe plusieurs méthodes bien connues [CYR 07] [CHA 11] [HAM 15]. Une première méthode utilise un hystérésigraphe, une seconde méthode utilise un perméamètre, et une autre méthode fluxmétrique utilisant un Lock in.

4.1.1 Hystérésigraphe

La mesure consiste à employer un circuit magnétique fermé constitué du matériau à caractériser [ASTM 01]. On utilise généralement des circuits toriques (figure I-17) ou des cadres Epstein (figure I-18).

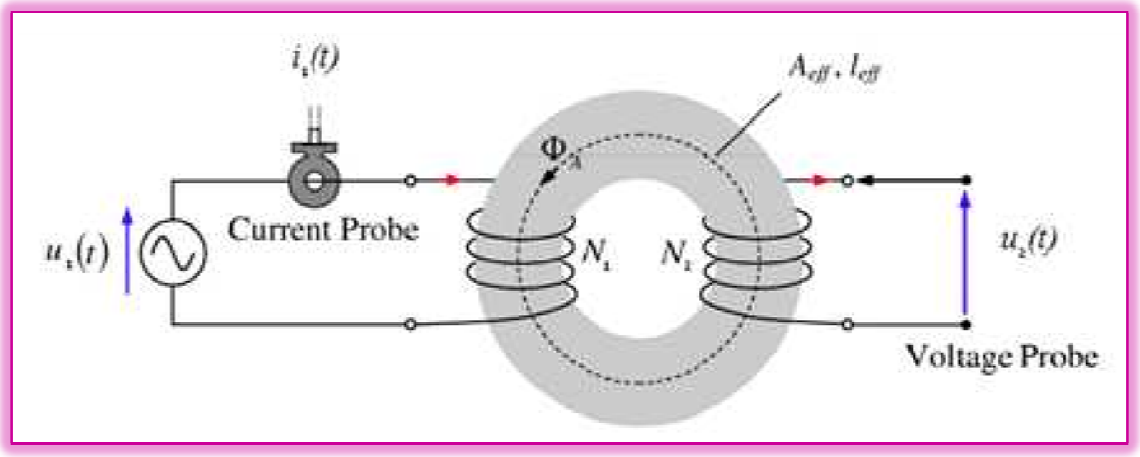


Figure I - 17 Schéma de principe de l'hystérésigraphe - méthode du transformateur

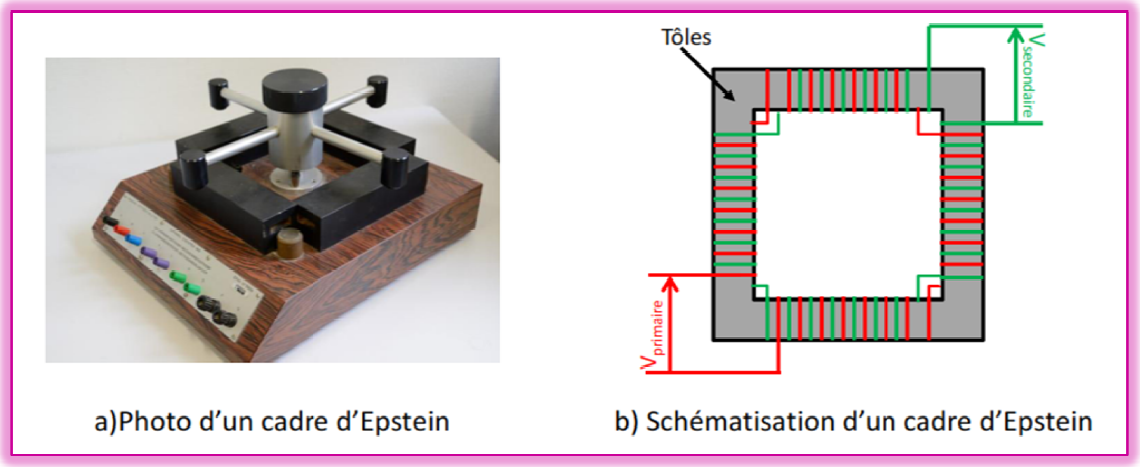


Figure I - 18 Cadre d'Epstein

La structure est celle d'un transformateur : autour du circuit magnétique sont bobinés deux enroulements, l'un primaire ($\mathbf{N_1}$ spires) et l'autre secondaire ($\mathbf{N_2}$ spires). Le champ appliqué est le résultat d'un courant imposé dans le circuit primaire :

$$N_1 i_1(t) = \oint H(t).dl \approx H(t).l_{eff} \qquad (I.12)$$

$$\text{Alor :} \quad H = \frac{N_1}{l_{eff}} i_1(t) \tag{I.13}$$

Où $\mathbf{N_1}$ est le nombre de spires de l'enroulement primaire, $\mathbf{l_{eff}}$ la longueur moyenne du circuit magnétique et $\mathbf{i_1(t)}$ le courant dans l'enroulement primaire.

L'induction est mesurée par intégration de la tension à vide aux bornes de l'enroulement secondaire :

$$u_2(t) = N_2 \frac{d\Phi_A}{dt} \approx A_{eff} N_2 \frac{dB}{dt} \tag{I.14}$$

$$\text{Donc :} \quad B = \frac{1}{A_{eff}\, N_2} \int u_2(t) dt \tag{I.15}$$

Où $\mathbf{N_2}$ est le nombre de spires de l'enroulement secondaire, $\mathbf{A_{eff}}$ est la section du circuit magnétique, $\mathbf{\Phi_A}$ est le flux à travers cette section et $\mathbf{u_2(t)}$ la tension aux bornes de l'enroulement secondaire à vide.

Ces méthodes permettent d'obtenir les cycles **B-H** pour un matériau magnétique, pour différentes conditions de température et à différentes fréquences.

4.1.2 Perméamètre

Le perméamètre aussi appelé « cadre une bande » ou le SST « Single Sheet Tester » est un hystérésigraphe, permettant ainsi de tracer la courbe **B**(**H**) de l'échantillon sous test [FIO 10]. L'échantillon est entouré par une bobine d'excitation permettant de générer le champ magnétique **H**. Afin de canaliser les lignes de champ, l'échantillon est introduit au centre d'un circuit magnétique. Le circuit magnétique est composé de deux culasses en Fer-Silicium en forme de **U**, assurant la fermeture du circuit magnétique. Le dispositif crée ainsi un champ uniforme dans la zone utile de l'échantillon où l'évaluation des paramètres électromagnétiques est opérée.

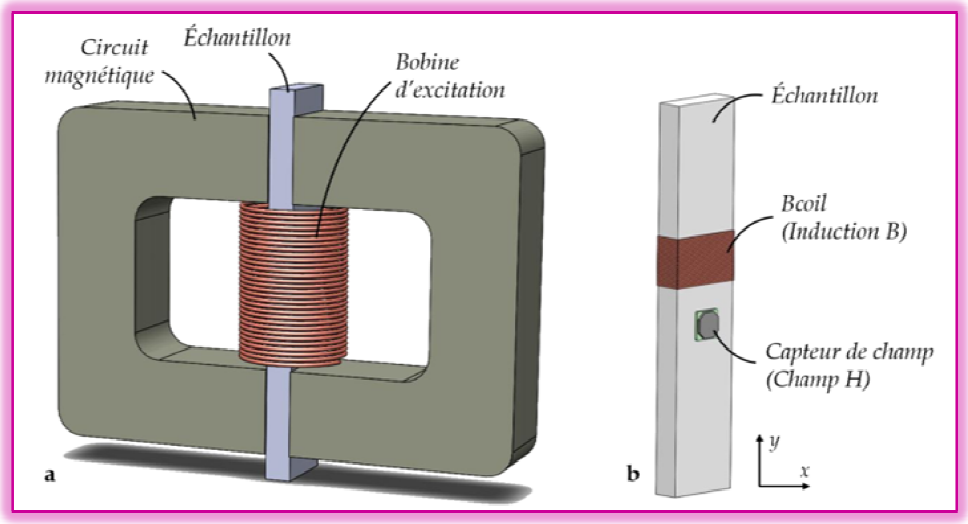


Figure I - 19 (a) Méthode du perméamètre. (b) Détail de l'échantillon

La mesure du champ **H** est réalisée par l'intermédiaire d'un capteur de champ. Le capteur, dont l'axe de sensibilité est orienté selon y (figure I-19), est placé à l'intérieur de la bobine d'excitation et au plus proche de l'échantillon. Une mesure du champ dans l'air, si la distance entre le capteur et l'échantillon est suffisamment faible, permet de déterminer le champ magnétique dans l'échantillon car le champ est uniforme dans la zone utile.

La mesure de l'induction B dans l'échantillon est réalisée par une B-Coil [KAR 14]. La B-Coil est une bobine enroulée autour de l'échantillon composée d'un nombre de spires NB-COIL dont le fil doit être de faible section (de 0,1 mm à 0,2 mm). La variation du flux magnétique traversant l'échantillon donne naissance à une tension induite $\boldsymbol{e}$ [V], ou force électromotrice, aux bornes de la BCoil. La mesure de la tension induite permet d'évaluer la valeur de l'induction B. Dans le cas où B est homogène dans le volume du bobinage, son expression peut être obtenue à partie de $\boldsymbol{e}$ par :

$$B = \frac{1}{N_{B_Coil} S_{EC}} \int e(t)dt \qquad (I.16)$$

où $\mathbf{S_{EC}}$ [m^2] est la section de l'échantillon caractérisé.

4.1.3 Méthode fluxmétrique utilisant un Lock in

Le principe de ce montage permet de mesurer la perméabilité magnétique réversible et d'obtenir le cycle d'hystérésis B-H, Le montage est représenté sur la figure I-20. L'échantillon est enroulé avec une bobine (1) de mesure « pick-up coil », puis avec une bobine (2) de perturbation « ac perturbing coil », et enfin une autre bobine (3) de magnétisation « dc magnetizing coil ». La tension induit dans la bobine (1) est mesurée par un amplificateur « lock-in amplifier ».

La perméabilité réversible est mesurée en choisissant un mode de référence à une seule fréquence. La variation du champ magnétique lentement variable est mesurée à partir de la tension au bord d'une résistance de dérivation en série avec la bobine dc magnétisante. La perméabilité réversible est mesurée pendant un cycle de champ variant lentement en fonction du courant le long de l'axe de l'échantillon.

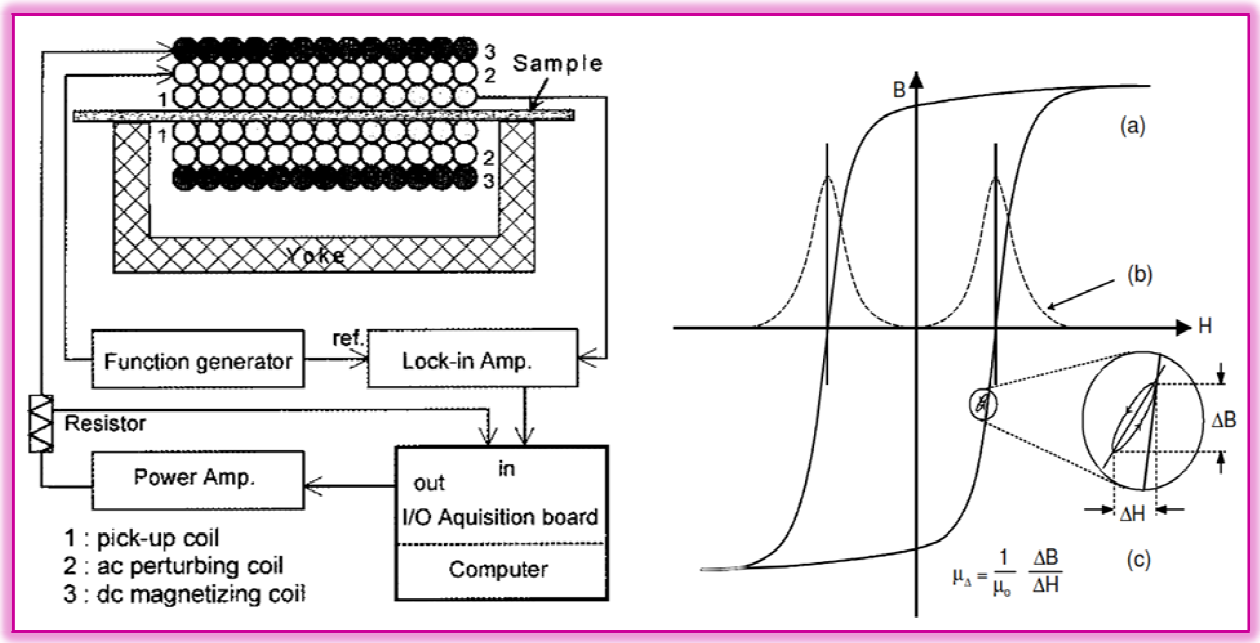


Figure I - 20 Diagramme de mesure (à gauche). Cycle d'hystérésis et la perméabilité réversible (à droite), où (a) cycle d'hystérésis B-H, (b) Profils des valeurs absolue de la perméabilité réversible, et (c) la perméabilité magnétique incrémentale [RYU 01] [RYU 02]

4.2 Méthode par bruit Barkhausen

L'évolution de l'induction en fonction du champ appliqué se présente sous forme de cycle d'hystérésis. Celui-ci se compose de marches discontinues et non d'une courbe continue (figure I-21). Ce phénomène est dû au mouvement des parois de Bloch qui se fait par «sauts» successifs [AMA 07].

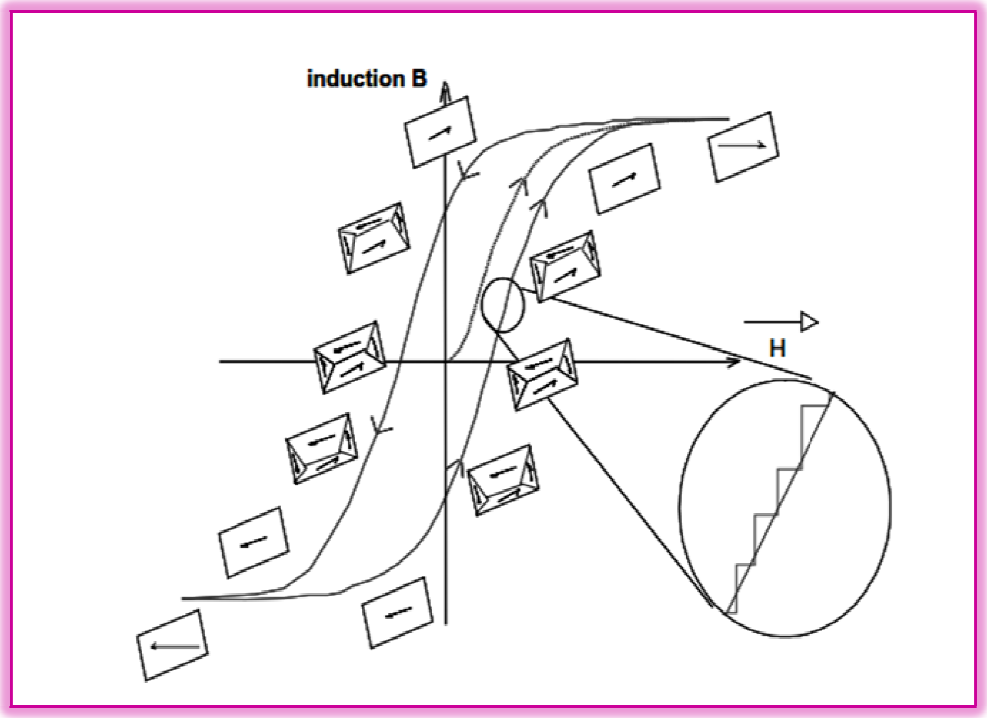


Figure I - 21 Cycle d'hystérésis et évolution de la microstructure magnétique

Barkhausen [BAR 19] mit le premier en évidence ce caractère discontinu et brusque des mouvements de paroi par une expérience simple : il entoura un échantillon ferromagnétique d'une bobine, reliée à un haut-parleur via un amplificateur, comme représenté sur la figure I-22.

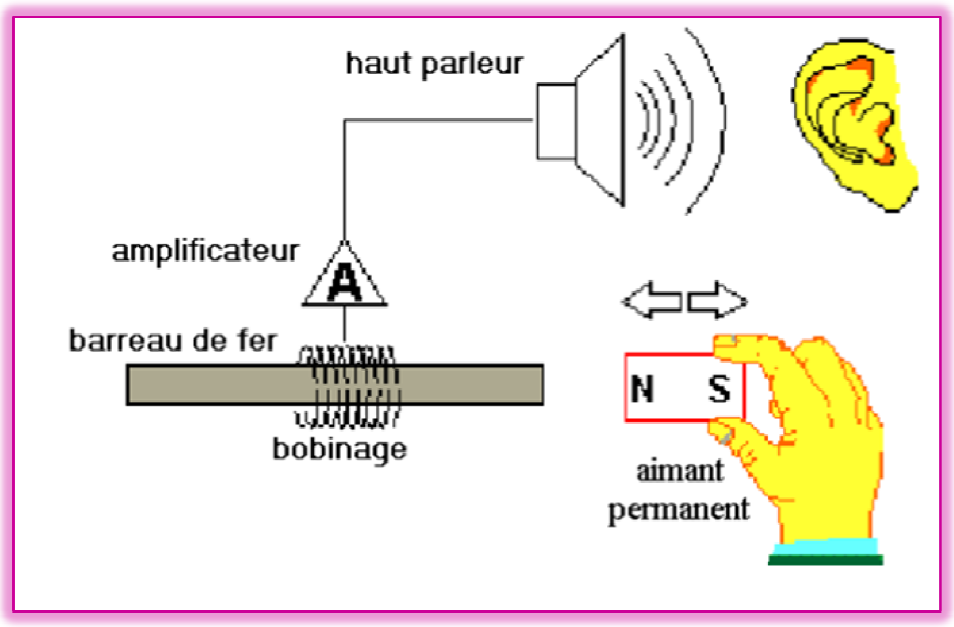


Figure I - 22 Montage de G.H. Barkhausen

En plaçant l'échantillon dans un champ variant de façon continue, il entendit une avalanche de «cliquetis », dont l'origine est les brusques variations de flux associées aux mouvements des parois.

En effet, sous l'action d'un champ magnétique appliqué, les parois de Bloch se déplacent de façon continue ; mais lorsqu'elles rencontrent des défauts microstructuraux du matériau, elles s'y trouvent ancrées (figure I-23).

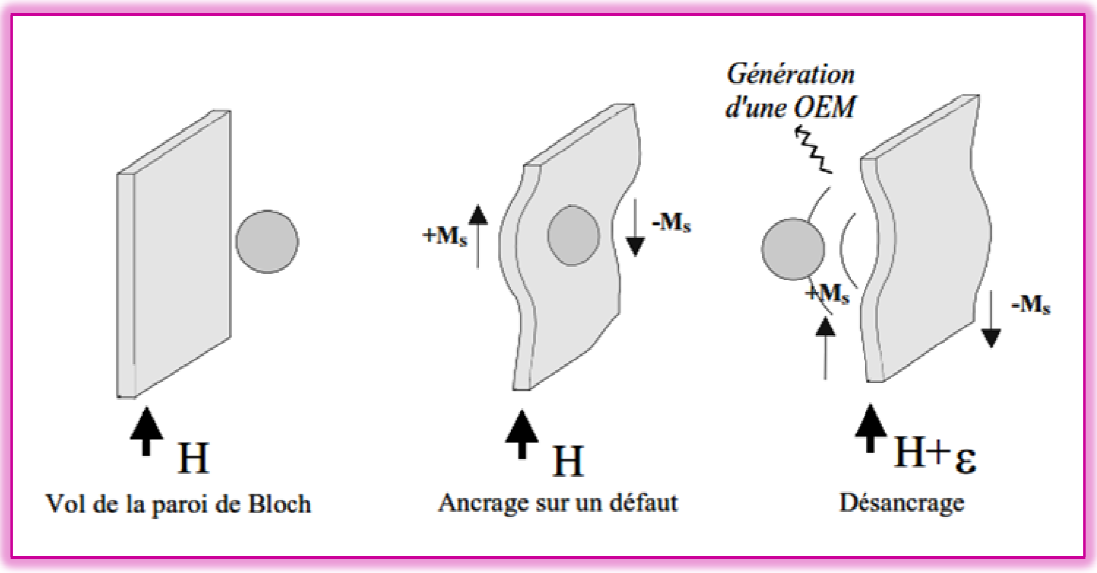


Figure I - 23 Mouvement de la paroi de Bloch

Le désencrage de ces parois nécessite alors un champ appliqué légèrement supérieur. La paroi avance alors brusquement jusqu'au défaut suivant, ce qui induit une variation de flux. C'est cette variation de flux qui correspond à l'événement Barkhausen élémentaire.

5. Conclusion

Dans ce chapitre nous avons introduit les notions fondamentales sur le magnétisme de la matière et des matériaux magnétiques. Nous avons aussi présenté les systèmes de caractérisation les plus connus des matériaux ferromagnétique sous un champ magnétique.

Dans le prochain chapitre nous allons mener une étude plus approfondie sur la mesure par bruit Barkhausen que nous avons choisi pour faire notre étude, et nous allons discuter le dispositif et les signaux obtenus que nous avons présenté rapidement dans ce chapitre.

Les résultats de mesure sur les propriétés magnétiques et les différents signaux seront présentés et discutés dans le chapitre 3.

Chapitre II : Mesure par bruit Barkhausen

1. Introduction 26
2. Dispositif de mesure 26
   2.1 Montage globale 27
   2.2 Chaine de mesure 28
      2.2.1 Excitation magnétique 28
      2.2.2 Circuit magnétique 28
      2.2.3 Mesure du champ magnétique appliqué à l'échantillon 29
      2.2.4 Détection de la réponse magnétique 31
   2.3 Traitements de la réponse magnétique et paramètres de caractérisation 31
      2.3.1 Cycle d'hystérésis 31
      2.3.2 Obtention du signal Barkhausen brut 32
      2.3.3 Signal RMS (Root Mean Square) 32
      2.3.4 Détermination de la perméabilité incrémentale 33
3. Influence de la microstructure cristalline 37
4. Applications 38
5. Différents appareillages utilisés dans la technique par bruit Barkhausen 39
   5.1 3MA: « Micromagnetic Multiparameter Microstructure and Stress Analysis » **Erreur ! Signet non défini.**
   5.2 MikroMach: «Mobil Micro Magnetic Analysis and Characterization » 40
6. Conclusion 41

1. Introduction

Pour mesurer les propriétés magnétiques des matériaux ferromagnétiques, nous avons choisi l'une des méthodes présentées dans le premier chapitre, en l'occurrence la technique par bruit Barkhausen. Ainsi, ce chapitre est consacré à cette technique. Le dispositif et montage de mesure, la chaine de mesure, les différents signaux obtenus et la relation entre la microstructure magnétique et cristalline sont tous montrés dans ce chapitre.

Nous avons vu que sous l'effet d'un champ magnétique extérieur variable, la microstructure magnétique va se réorganiser. Quand les parois de Bloch franchissent les obstacles, leur mouvement est discontinu et des variations brusques de magnétisation sont engendrées. Elles produisent dans une bobine placée à proximité un signal haute fréquence que l'on appelle bruit ferromagnétique ou bruit Barkhausen (BB) du nom de celui qui l'a mesuré pour la première fois en 1919 [BAR 19].

Ainsi, pendant le processus d'aimantation, la réorganisation de la microstructure magnétique va dépendre de la microstructure magnétique initiale et des interactions entre les parois de Bloch et les défauts cristallins.

Nous avons vu que le cycle d'hystérésis, obtenu en magnétisant le matériau de saturation à saturation, peut nous apporter beaucoup d'informations, tels que le champ coercitif $\mathbf{H_{CO}}$, l'induction rémanente $\mathbf{B_r}$, la perméabilité magnétique relative $\boldsymbol{\mu_r}$, initiale $\boldsymbol{\mu_i}$, maximale $\boldsymbol{\mu_{Max}}$, et la perméabilité incrémentale $\boldsymbol{\mu_\Delta}$, qui nous permettent d'obtenir des informations importantes sur la nature magnétique du matériau ferromagnétique d'une part et le bruit Barkhausen détecté pendant cette même magnétisation, sensible aux évènements élémentaires, va nous permettre d'obtenir des informations plus fines sur la microstructure cristalline d'autre part.

La mesure du bruit Barkhausen peut être effectuée dans des conditions optimisées sur des échantillons de taille réduite : c'est la mesure globale. Ce type de mesure, réalisée dans la plupart des études, nécessite un dispositif de mesure spécifique présenté dans la figure II-1. Cependant, la mesure du bruit Barkhausen peut être utilisée comme technique de caractérisation non destructive sur des matériaux ferromagnétiques : c'est la mesure locale. Le dispositif de mesure est présenté dans la figure II-12 et II-13.

2. Dispositif de mesure

Différents dispositifs de mesure adoptés pour les mesures de bruit Barkhausen, le 3MA « Micromagnetic Multiparameter Microstructure and Stress Analysis » (figure II-12), ou le MikroMach «Mobil Micro Magnetic Analysis and Characterization » (figure II-13), sont des dispositifs de contrôle non destructive des matériaux ferromagnétiques, qui sont développés par la firme Fraunhofer IZFP à Saarbruecken en Allemagne [ALT 90] [ALT 02].

2.1 Montage globale

C'est le même appareillage qui sert à la mesure du cycle d'hystérésis et du bruit Barkhausen, est schématisé sur la figure II-1.

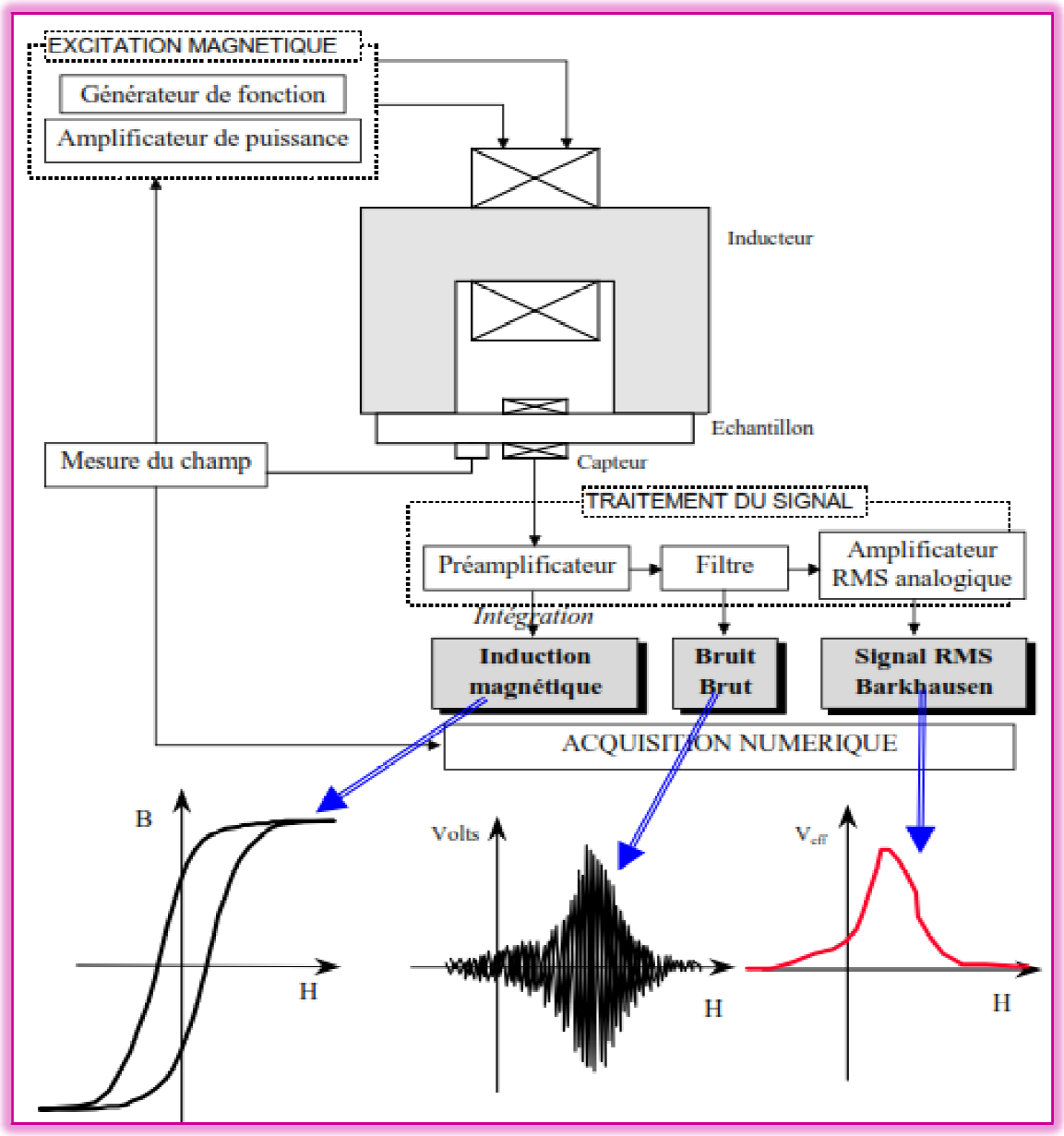


Figure II – 1 Schéma d'appareil complet Barkhausen [SOU 02]

Globalement, il se compose de trois parties : le système d'excitation magnétique qui permet de magnétiser l'échantillon, la détection de la réponse Barkhausen de l'échantillon via le capteur magnétique et le traitement analogique et/ou numérique du signal acquis. Selon le traitement appliqué, ce système permet d'accéder aussi bien au cycle d'hystérésis du matériau sondé qu'à l'analyse fréquentielle ou au signal RMS de la réponse Barkhausen. Les différents signaux ainsi que la mesure du champ appliqué sont numérisés et enregistrés à partir d'une carte d'acquisition et pilotée à l'aide de programmes développés puis traités à l'aide de programmes réalisés sous ce même logiciel.

2.2 Chaine de mesure

Le principe consiste, d'une part, à provoquer la réorganisation de la microstructure magnétique en appliquant un champ magnétique variable et d'autre part, à détecter et à mesurer le bruit Barkhausen produit par les évènements de magnétisation élémentaires.

2.2.1 Excitation magnétique

Afin de provoquer la réorganisation de la microstructure magnétique et donc d'obtenir la réponse Barkhausen de l'échantillon, l'application d'un champ magnétique variable est nécessaire. Ce champ magnétique est appliqué à l'échantillon via un inducteur en forme de U, entouré d'une bobine. Un courant variable alimente cette bobine et engendre ainsi l'apparition d'un champ induit lui-même variable dans le circuit magnétique constitué de l'inducteur et de l'échantillon sondé. Afin de conserver un bon couplage magnétique entre ces deux éléments, l'échantillon est maintenu plaqué contre l'inducteur par le biais de vis de serrage localisées à chaque extrémité de l'inducteur.

2.2.2 Circuit magnétique

Le circuit magnétique, représenté sur la figure II-2, est constitué de l'inducteur, entouré d'une bobine de fil de cuivre, et de l'échantillon : il présente donc des discontinuités de section et de perméabilité.

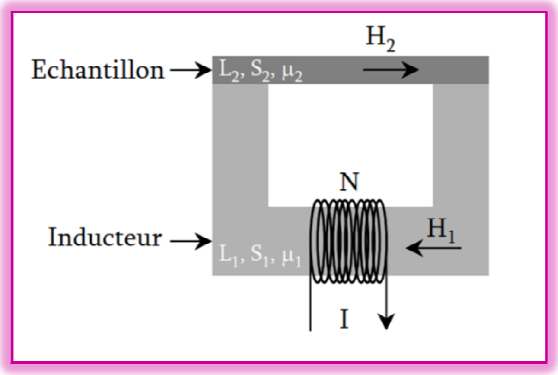


Figure II – 2 Circuit magnétique

Le théorème d'Ampère appliqué au circuit magnétique permet d'obtenir la relation entre le champ appliqué au barreau et le courant d'excitation :

$$H_1 . L_1 + H_2 . L_2 = N . I \qquad (II.1)$$

Où $\mathbf{H_1}$ / $\mathbf{H_2}$ est le champ dans l'inducteur / l'échantillon, $\mathbf{L_1}$ / $\mathbf{L_2}$ est la longueur de l'inducteur / l'échantillon, **N** est le nombre de spires autour de l'inducteur et **I** est le courant dans la bobine. En admettant qu'il n'y a pas de fuites, la loi de conservation du flux magnétique $\mathbf{\Phi}$ dans le circuit s'écrit :

$$\Phi = B_1 . S_1 = B_2 . S_2 = \mu_1 . H_1 . S_1 = \mu_2 . H_2 . S_2 \qquad (II.2)$$

Où $\mathbf{B_1}$ / $\mathbf{B_2}$ est l'induction dans l'inducteur / l'échantillon, $\mathbf{S_1}$ / $\mathbf{S_2}$ est la section transversale de l'inducteur / l'échantillon et $\boldsymbol{\mu_1}$ / $\boldsymbol{\mu_2}$ est la perméabilité de l'inducteur / l'échantillon. On en déduit l'expression du champ dans l'échantillon en fonction de l'intensité délivrée dans la bobine de l'inducteur :

$$\mathbf{H_2(t)} = \frac{\mathbf{N}}{\frac{\mu_2 . S_2}{\mu_1 . S_1} \mathbf{L_1 + L_2}} . \mathbf{I(t)} \qquad \text{(II.3)}$$

Le comportement magnétique des matériaux, représenté par la valeur de leur perméabilité, ne varie pas de façon linéaire avec le champ. Il en résulte que le champ dans l'échantillon ne dépend pas uniquement du courant dans la bobine mais aussi des caractéristiques du circuit magnétique. Cependant, aux vues de l'équation précédente, on note que la valeur du champ dans l'échantillon peut être considérée comme linéaire avec la valeur du courant dans la bobine en première approximation lorsque la section de l'inducteur est bien plus grande que celle de l'échantillon. Par ailleurs, nos mesures nécessitant d'atteindre la saturation de nos échantillons, il est indispensable que l'inducteur ne sature pas avant celui-ci. Les conditions suivantes doivent donc être respectées dans le cadre de nos mesures :

$$S_1 \gg S_2 \text{ et } (B_1)_{sat} . S_1 > (B_2)_{sat} . S_2 \qquad \text{(II.4)}$$

Note : Si étant donné que $(\mathbf{B_1})_{\mathbf{sat}}$ équivaut à $(\mathbf{B_2})_{\mathbf{sat}}$, il suffit que la section de l'inducteur soit supérieure à celle de l'échantillon.

2.2.3 Mesure du champ magnétique appliqué à l'échantillon

La mesure du champ magnétique permet de tracer la réponse de l'échantillon en fonction du champ qu'il voit réellement. Celui-ci est mesuré par le biais d'une sonde à effet Hall intégrée au capteur magnétique. La composante du champ magnétique tangentielle à une interface est continue de part et d'autre de cette interface. Ainsi, le champ parallèle à la surface est le même à l'extérieur et à l'intérieur du matériau à proximité de l'interface. Il est donc primordial que la sonde à effet Hall soit placée à la surface de l'échantillon.

Il existe d'autres capteurs magnétiques tels que les capteurs SQUID, GMR, GMI, Fluxgates, … et ils sont divisés en deux groupes, certains sont des capteurs de champ (c'est-à-dire des capteurs mesurant directement la valeur du champ magnétique selon un ou plusieurs axes), d'autres, des capteurs de flux (c'est-à-dire mesurant l'intégrale du champ passant à travers une surface). Le tableau II-1 donne une liste des principaux types de capteurs utilisés.

Tableau II - 1 Différents types de capteurs magnétiques et quelques aplications cleés [FER]

	Type	Fréquence (Hz)	Amplitude du champ (Tesla)	Sensibilité	Type de matériau	Détectivité[a]	Applications
Capteurs de champ	Capteurs à effet Hall	DC – 10^5	10^{-5} – 1	B axial	Film mince	100 nT/√Hz	Contrôle de moteur, mesure de courant, capteurs de position, champs forts
	Magnétorésistance anisotrope (AMR)	DC – 10^7	10^{-9} – 10^{-3}	H axial	Film mince	1 nT/ √Hz	Capteurs de courant, boussoles
	Magnétorésistance géante (GMR)	DC – 10^8	10^{-9} – 10^{-3}	H axial	Film mince	0,1 nT/√Hz[a]	Têtes de lecture, boussoles, capteurs de courant
	Magnétorésistance tunnel (TMR)	DC – 10^8	10^{-9} – 10^{-3}	H axial	Film mince	0,1 nT/√Hz[a]	Têtes de lecture
	Magnéto-impédance géante (GMI)	DC – 10^4	10^{-9} – 10^{-3}	H axial	Massif	1 nT/ √Hz	Boussoles
	Magnéto-optique (MO)	DC – 10^8	10^{-5} – 10^2	M tri-axe	Discret	1 pT/√Hz	Imagerie
	Résonance Magnétique Nucléaire (RMN)	DC – 10^2	10^{-10} – 10	|H| scalaire	Massif	1 nT/√Hz	Référence de champ, IRM
Capteurs de flux	Bobines à air	10^{-1} – 10^9	10^{-10} – 10^2	dΦ/dt axial	Massif	1 pT/√Hz[b]	Antennes, IRM haut champ, courants AC
	Fluxgates	DC – 10^3	10^{-10} – 10^{-3}	H axial	Massif	10 pT/√Hz	Magnétométrie terrestre
	SQUID (Bas Tc)	DC – 10^9	10^{-15} – 10^{-2}	Φ axial	Film mince	2 fT/√Hz	MEG, IRM très bas champ
	SQUID (Haut Tc)	DC – 10^4	10^{-15} – 10^{-2}	Φ axial	Film mince	30 fT/√Hz	Imagerie
	Capteurs mixtes	DC – 10^9	10^{-15} – 10^{-6}	Φ axial	Film mince	< 3 fT/ √Hz[a]	MCG, MEG, IRM très bas champ
	Magnétomètres atomiques	DC – 10^2	10^{-15} – 10^{-9}	~ Φ	Massif	3 fT/√Hz	MCG, MEG, IRM très bas champ

2.2.1 Détection de la réponse magnétique

Durant le processus d'aimantation d'un matériau ferromagnétique, résultant de l'application d'un champ magnétique extérieur, la microstructure magnétique se réorganise. Ce phénomène nécessite le mouvement des parois de Bloch qui se fait par sauts discrets. Il en résulte une augmentation brutale de l'aimantation du matériau qui entraîne des variations du flux magnétique. Ces variations de flux peuvent être détectées aux bornes d'une bobine placée autour de l'échantillon magnétisé. En effet, d'après la loi de Lenz-Faraday, la tension aux bornes de cette bobine est donnée par la relation suivante :

$$e(t) = -N.\frac{d\Phi}{dt} \qquad \text{(II.5)}$$

Où **N** correspond au nombre de spires de la bobine encerclant.

2.3 Traitements de la réponse magnétique et paramètres de caractérisation

2.3.1 Cycle d'hystérésis

Il est alors possible d'effectuer l'acquisition de ce signal pré-amplifié en fonction du temps d'une part et des valeurs de champ appliqué d'autre part. On en déduit l'évolution de l'induction **B(t)** en fonction du temps, grâce aux relations suivantes :

$$\Phi = B.S \Longrightarrow \frac{d\Phi}{dt} = S.\frac{dB}{dt} \Longrightarrow dB = \frac{1}{S}.d\Phi \qquad \text{(II.6)}$$

$$\text{et} \quad e(t) = -N.\frac{d\Phi}{dt} \qquad \text{(II.5)}$$

$$\text{d'où : } dB = -\frac{1}{NS}.e(t).dt \qquad \text{(II.7)}$$

Finalement :

$$B(t) = -\frac{1}{NS}\int e(t).dt \qquad \text{(II.8)}$$

Nous pouvons ainsi reconstituer le cycle d'hystérésis du matériau en traçant l'induction **B** en fonction du champ appliqué **H**.

Le signal e(t) est donc échantillonné (à 1000 points/seconde) et moyenné sur 2 périodes de magnétisation lors de l'acquisition numérique. Le cycle d'hystérésis est alors reconstitué par intégration de e(t) et le programme utilisé fournit les paramètres fondamentaux du cycle : le champ coercitif $\mathbf{H_C}$, l'aimantation à saturation $\mathbf{B_S}$, l'aimantation rémanente $\boldsymbol{B_r}$ et la perméabilité maximale $\boldsymbol{\mu_{rmax}}$.

2.3.2 Obtention du signal Barkhausen brut

Afin de provoquer la réorganisation de la microstructure magnétique et donc le mouvement des parois de Bloch, un champ magnétique variable est appliqué à l'échantillon ferromagnétique étudié : c'est le processus de magnétisation. La réponse magnétique de l'échantillon est recueillie par la mesure de la tension $\mathbf{e(t)}$ aux bornes de la bobine réceptrice. Or, l'induction est fonction de cette tension selon la relation **(**II.8**)**.

Ainsi, par l'intermédiaire du dispositif, on obtient le cycle d'hystérésis, c'est à dire l'induction en fonction du champ appliqué. Comme nous l'avons vu précédemment, cette courbe d'hystérésis est en fait constituée de marches discontinues. En supprimant la composante continue du signal, on ne conserve que les sauts discontinus, c'est à dire le signal Barkhausen brut (figure II-3).

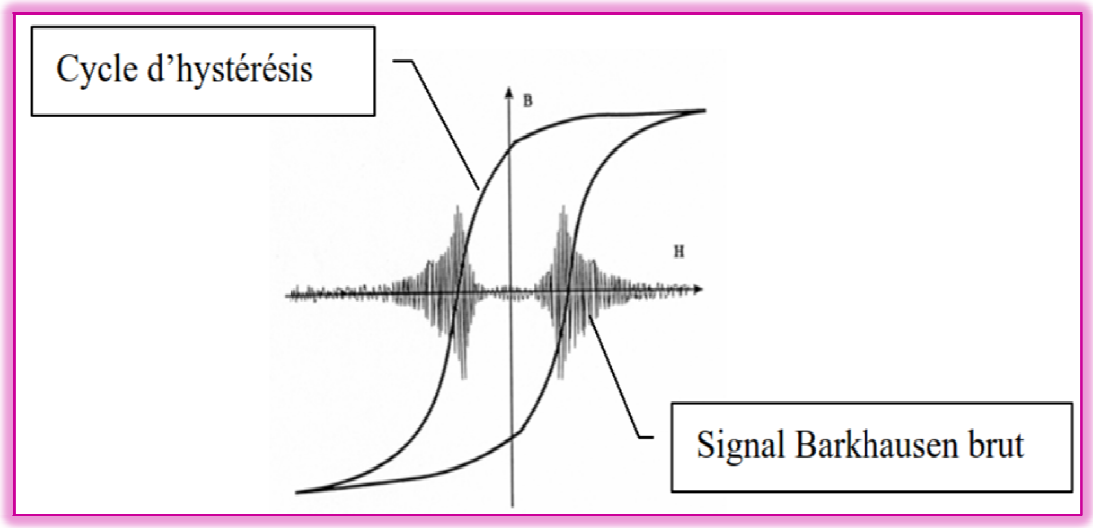


Figure II – 1 Signal Barkhausen brut

L'amplitude du signal Barkhausen est principalement dépendante de la taille et du nombre de sauts de parois.

2.3.3 Signal RMS (Root Mean Square)

Le signal Barkhausen brut n'étant pas reproductible d'un cycle à un autre, on utilise fréquemment le signal RMS « Root Mean Square » qui correspond à l'enveloppe du signal Barkhausen brut (figure II-4).

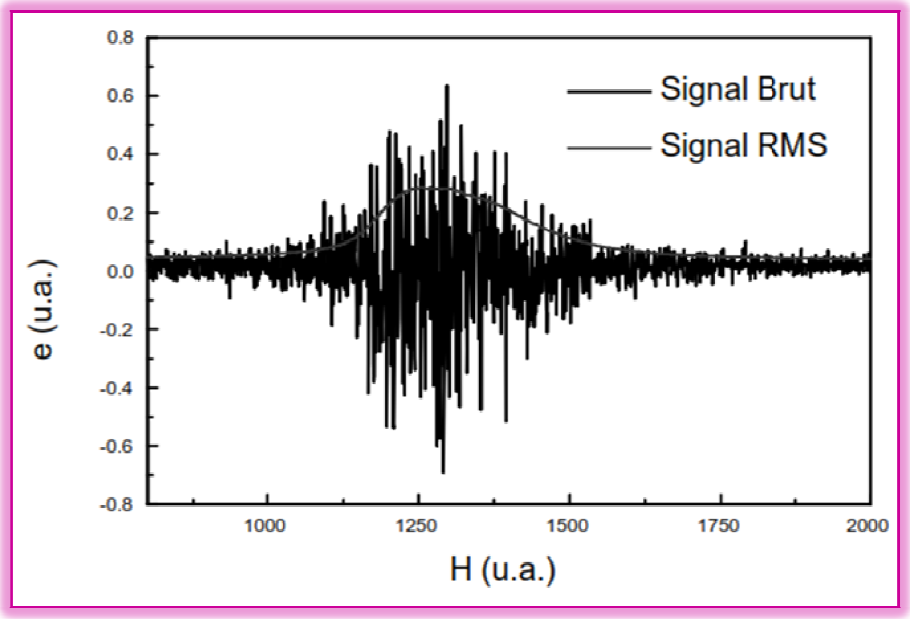


Figure II – 2 Comparaison des signaux Barkhausen brut et RMS

Ce signal RMS est non seulement reproductible mais permet en plus une exploitation plus rapide et plus pratique des résultats. Par contre, cette mesure RMS s'accompagne irrémédiablement d'une perte d'informations puisque le signal est lissé. Ce signal est obtenu grâce à une intégration sur une courte période **T** à optimiser.

$$\mathrm{RMS(t)} = \sqrt{\frac{1}{T}\int_{t}^{t+T} e(t)^2 . dt} \qquad \text{(II.9)}$$

Le choix de **T** est primordial puisqu'il définit l'intensité du lissage.

2.3.4 Détermination de la perméabilité incrémentale

Deux méthodes de détermination de la perméabilité incrémentale ont été envisagées. La première, dite « méthode directe », permet de déduire directement la perméabilité incrémentale de la mesure. La seconde, dite « méthode indirecte », s'appuie sur un travail graphique sur une famille de cycles mineurs centrés [ARB 16].

a) Méthode directe

Qu'il s'agisse d'une mesure sur une tôle dans le système de mesure (figure II-5). Le profil de courant imposé dans la bobine primaire doit débuter par un signal sinusoïdal dont l'amplitude décroit progressivement afin de démagnétiser l'échantillon, comme l'illustre la figure II-5. Puis un signal strictement croissant permet d'atteindre le niveau de polarisation $\mathbf{H_{pol}}$ désiré. Une fois à ce niveau, un signal fréquentiel est ajouté à la composante continue de polarisation. La mesure de perméabilité incrémentale est effectuée lorsque la matière subit l'excitation magnétique suivante :

$$H = H_{pol} + A \sin(2\pi f t) \qquad \text{(II.10)}$$

Les paramètres déterminant sont le niveau de polarisation $\mathbf{H_{pol}}$, l'amplitude **A** qui détermine la largeur du cycle mineur incrémental et la fréquence **f** du signal.

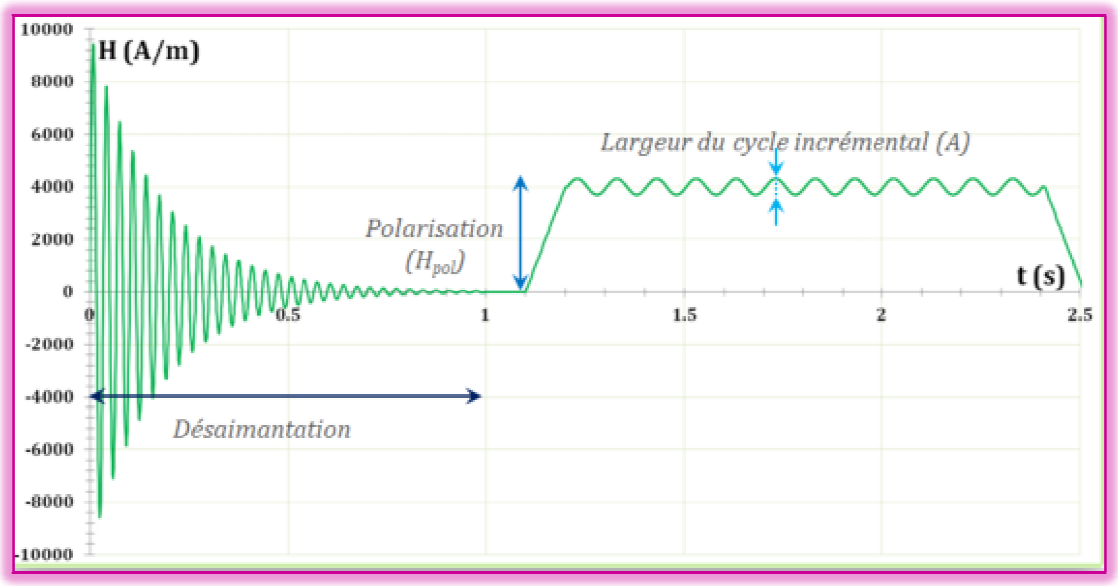


Figure II - 3 Signal imposé pour l'obtention de la perméabilité incrémentale

La différence de potentiel mesurée aux bornes de la bobine secondaire permet de déterminer l'induction magnétique **B** et de tracer un cycle mineur incrémental. La pente de ce cycle est la perméabilité incrémentale μ_{inc} recherchée. L'expérience est reproduite pour différentes polarisations $\mathbf{H_{pol}}$. On obtient ainsi un ensemble de cycles mineurs incrémentaux de différentes pentes (représentés recentrés sur l'origine du repère B-H sur la figure II-6) et finalement les couples $\mu_{inc}(H_{pol})$. On constate comme attendu que la pente, donc la perméabilité incrémentale μ_{inc}, varie avec le niveau de champs de polarisation.

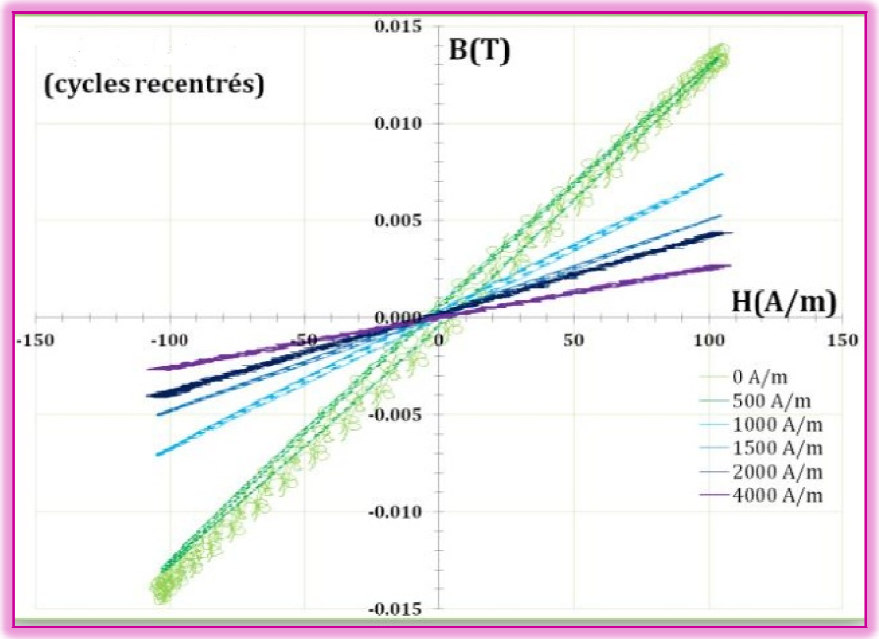


Figure II - 4 Cycles incrémentaux obtenus (après avoir été recentrés)

Ainsi, pour connaître une perméabilité incrémentale μ_{inc}, les paramètres H_{pol} et A doivent être fixés. Pour connaître la courbe $\mu_{inc}(H_{pol})$, il faut donc effectuer **n** mesures, avec **n** le nombre de valeurs de champ de polarisation considéré, pour une amplitude **A** fixée. Finalement, si l'on veut étudier l'effet de l'amplitude **A** sur la mesure, il va falloir considérer **m** amplitudes différentes et effectuer **nxm** mesures. Cette méthode peut donc rapidement devenir chronophage car elle peut nécessiter un nombre important de mesures. Une méthode dite indirecte a donc été envisagée. Elle permet de n'effectuer que **n** mesures (à la place de **nxm**) tout en permettant l'étude de l'effet de l'amplitude **A**.

b) Méthode indirecte

La méthode indirecte nécessite de connaître une famille de cycles mineurs centrées caractérisant l'échantillon d'intérêt (figure II-7). C'est une mesure de routine permettant de tracer la courbe normale.

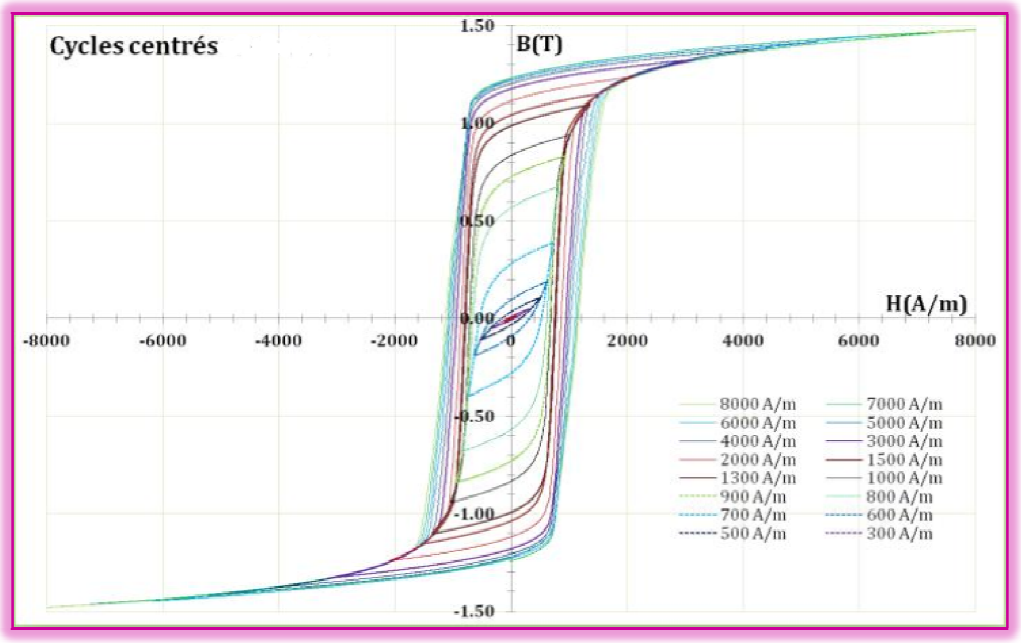


Figure II - 5 Famille de cycles mineurs centrés

On cherche à déterminer la perméabilité incrémentale μ_{inc} en fonction du champ de polarisation H_{pol}, pour des cycles mineurs incrémentaux de 200 A/m (=**ΔH**=**A**) de largeur par exemple. Prenons le cas d'un cycle mineur centré (figure II-8). Il faut considérer un intervalle **ΔH** au niveau du maximum du cycle. A cet intervalle **ΔH** correspond un intervalle de variation **ΔB**. Remarquons que, comme l'intérêt est porté sur la perméabilité incrémentale, l'intervalle de variation **ΔB** à considérer est celui qui est obtenu à partir d'une décroissance du cycle d'hystérésis. Le rapport de ces deux valeurs permet finalement d'obtenir la perméabilité incrémentale μ_{inc}. L'opération est ensuite reproduite pour tous les cycles mineurs centrés et on obtient finalement les couples $\mu_{inc}(H_{pol})$.

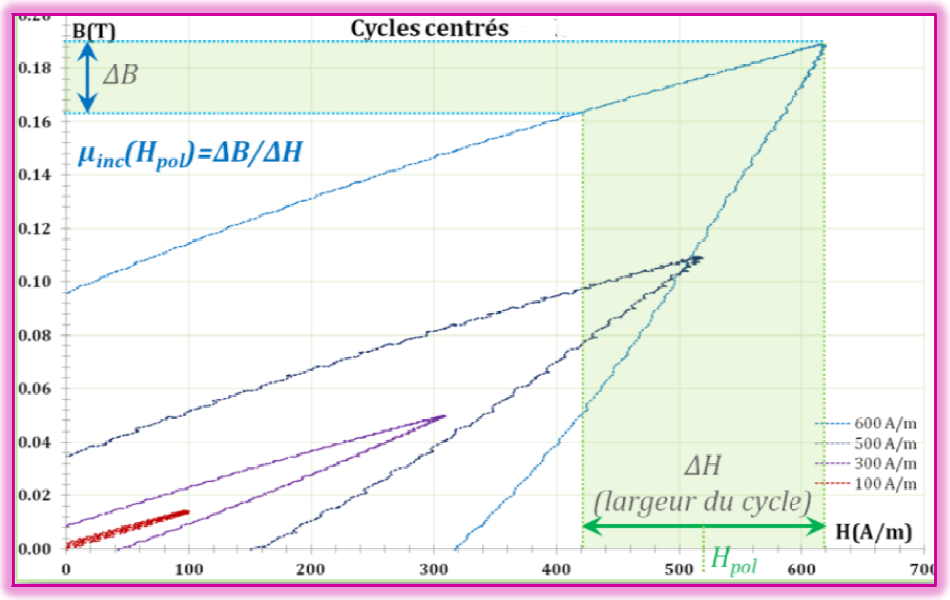


Figure II - 6 Illustration de la méthode indirecte d'obtention de la perméabilité incrémentale

La figure II-9 illustre les courbes $\mu_{inc}(H_{pol})$ obtenues par la méthode directe et par la méthode indirecte. On vérifie que les deux méthodes sont bien équivalentes. Dans la suite du rapport les valeurs présentées sont celles obtenues par la méthode indirecte.

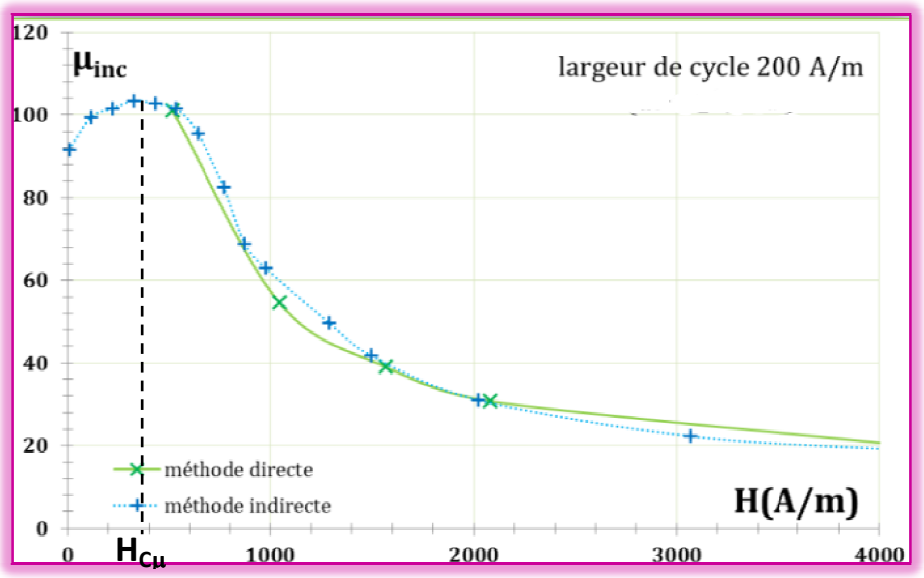


Figure II - 7 Perméabilité incrémentale relative en fonction du champ de polarisation (comparaison des méthodes)

1. Influence de la microstructure cristalline

Un matériau ferromagnétique se caractérise par deux types de microstructures (Figure II-10) :

- la microstructure cristalline : la taille de grains, les constituants métallurgiques, les défauts, …

- la microstructure magnétique : les domaines de Weiss, les parois de Bloch, … Celle-ci est généralement considérée comme intragranulaire.

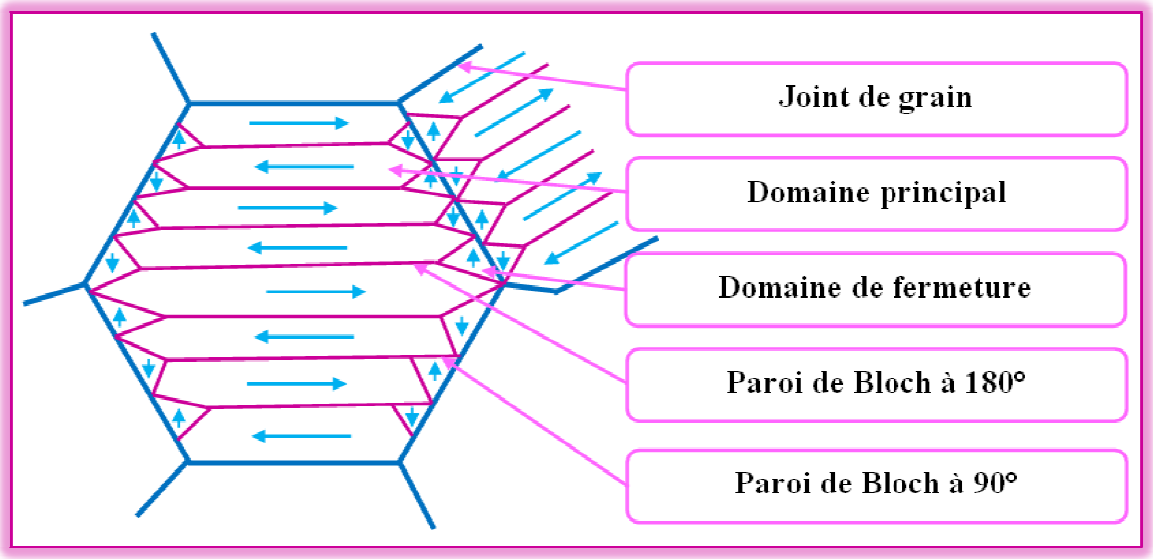


Figure II - 8 Microstructure magnétique-cristallin

Ces deux aspects sont fortement liés et la microstructure magnétique est largement dépendant de la microstructure cristalline [CAT 95] , d'un point de vue énergétique d'une part (magnétostatique, magnéto-cristalline, magnétoélastique) mais aussi au niveau de l'interaction parois de Bloch – défauts cristallins d'autre part . En effet, hors champ magnétique, la microstructure cristalline agit sur la microstructure magnétique initiale du cristal puisque celle-ci s'y superpose (figure II-11 par exemple).

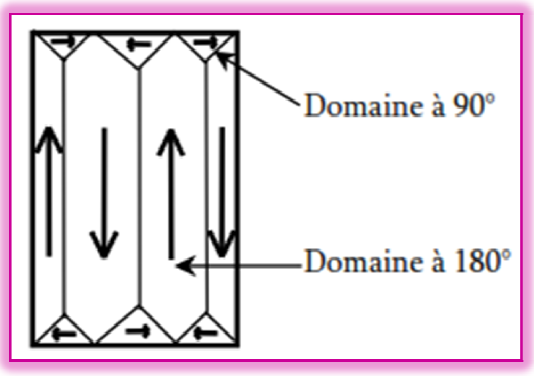


Figure II – 9 Représentation schématique d'une structure composée de domaines à 90° et à 180°

Sous un champ magnétique non nul, la microstructure cristalline agit aussi sur le mouvement des parois de Bloch puisque leurs sauts dépendent des interactions avec les défauts du matériau. Globalement, plus la quantité de défauts augmente et plus la taille de ces défauts approche celle des parois de Bloch, plus le bruit Barkhausen augmente. L'interaction des parois avec les défauts du cristal dépend donc de leur taille. Ainsi, Dobmann et Holler [DOB 90] considèrent que tout type de défaut de la microstructure cristalline interagit avec une paroi, du moment que ses dimensions sont de l'ordre de grandeur de celle-ci, à savoir 10^{-9} à 10^{-6} m. Selon que l'on considère une paroi de Bloch en 2D ou en 3D, cet ordre de grandeur varie car le retournement des spins atomiques se fait sur plus ou moins grande distance.

Le bruit Barkhausen, résultat des mouvements des parois de Bloch, est donc représentatif à la fois de la microstructure magnétique mais aussi de la microstructure cristalline. Ce phénomène justifie l'intérêt de cette technique pour la caractérisation des états et changements microstructuraux. Les joints de grain, les dislocations, les précipités et la nature des phases constituent les principaux paramètres microstructuraux étudiés jusqu'à présent.

Alors, les points d'ancrage à l'origine du bruit peuvent être classée en différents types :

- Les précipités ou impuretés magnétiques :

Par exemple, pour le cas du fer, les impuretés les plus influentes sont représentées par les atomes de carbone qui précipitent sous la forme de cémentite [DEG 85]. Leur influence est fonction de leur taille : une taille de précipité de l'ordre de l'épaisseur de la paroi a une influence maximale.

- Les mâcles et les dislocations

Dont la présence induit une déformation du réseau cristallin et modifie ainsi l'énergie magnétoélastique.

- Les joints de grains

Sont également un lieu privilégié où se développent les précipités et où s'accumulent les dislocations.

2. Applications

La mesure du bruit Barkhausen peut être utilisée en tant que technique de caractérisation non destructive. Ses domaines d'application sont multiples.

Quelques exemples d'applications industrielles ou d'études du bruit Barkhausen, basées sur la sensibilité de cette technique à la microstructure du matériau [AMA 04] :

- Evaluation de la dureté.
- Caractérisation des constituants métallurgiques.
- Evaluation de la décarburation superficielle des aciers.
- Evaluation de la profondeur de traitement superficiel de durcissement.
- Evaluation de l'effet du vieillissement des aciers par irradiation.
- Evalution de la taille de grains.

D'autres applications existent, dont le principe repose cette fois sur la sensibilité à l'état de contrainte :

- Evaluation de l'endommagement par fatigue dans les aciers.
- Contrôle de brûlures de rectification.
- Etude de la plasticité.

3. Différents appareillages utilisés dans la technique par bruit Barkhausen

5.1 3MA: « Micromagnetic Multiparameter Microstructure and Stress Analysis »

La première génération d'équipements 3MA s'appuyait uniquement sur le bruit magnétique de Barkhausen et l'analyse de champ magnétique tangentiel. En 2007, il y avait plus de 100 installations utilisées dans différentes zones industrielles, cela couvre principalement les industries du bâtiment en acier et en machinerie. Aujourd'hui, les équipements 3MA sont à leur quatrième génération. En comparaison avec les appareils de test micromagnétiques basés sur le bruit magnétique Barkhausen (MBN) [BAR 19], seul 3MA utilise trois autres méthodes micromagnétiques et électromagnétiques en plus de l'analyse MBN afin d'obtenir plus d'informations sur la matière.

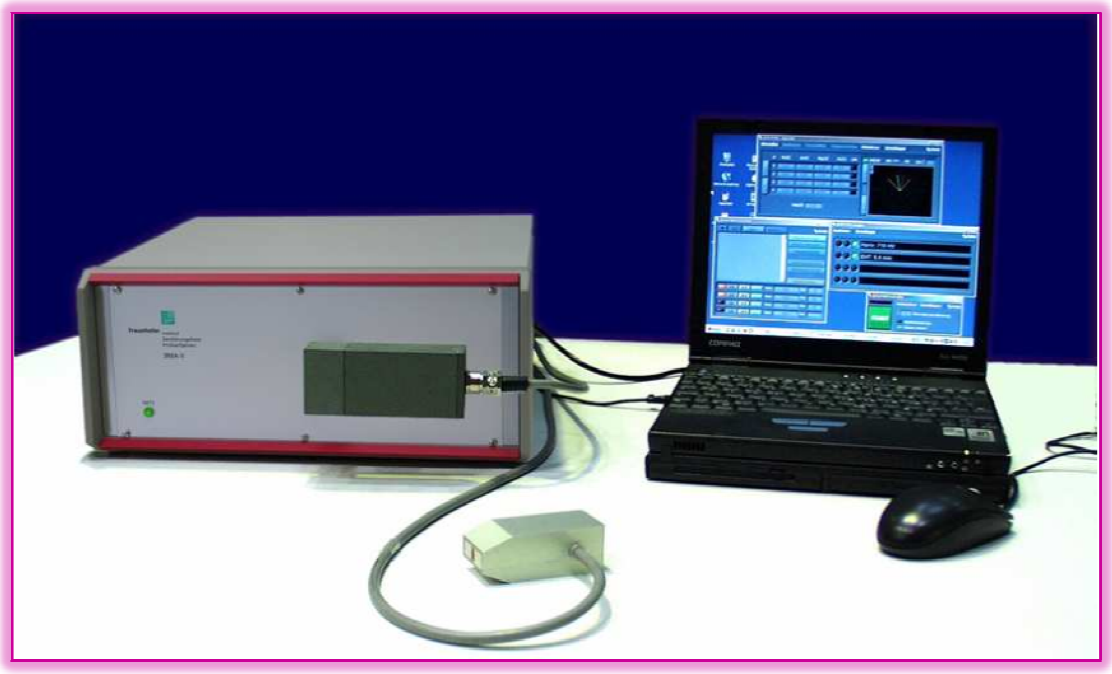


Figure II – 10 Equipement et logiciel 3MA basé sur TCP-IP piloté par un PC

5.2 MikroMach: «Mobil Micro Magnetic Analysis and Characterization »

Le Dispositif MikroMach est un périphérique de poche, qui se compose d'une culasse « Yoke », d'une bobine d'excitation «Solénoïde », d'un capteur à effet Hall « Sensor », d'un générateur d'énergie et de l'électronique correspondante et est relié à un ordinateur portable à partir duquel l'appareil est contrôlé et les données sont traitées et visualisées.

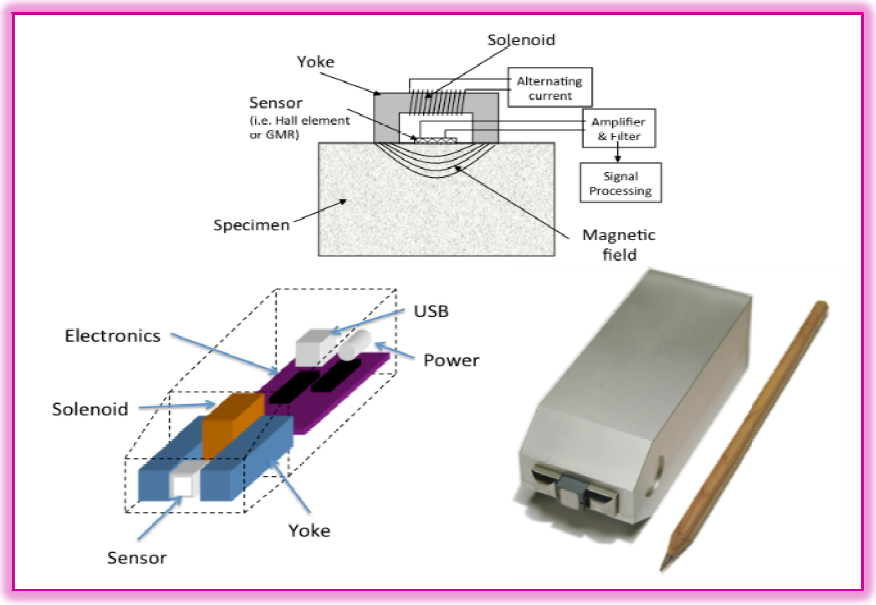


Figure II – 11 Système MikroMach pour la caractérisation électromagnétique [BOL 15]

Les techniques électromagnétiques considérées incluent la perméabilité incrémentielle, le bruit Barkhausen, l'analyse des harmoniques supérieurs, l'impédance à courant de Foucault multi fréquences. Ainsi l'approche par bruit Barkhausen comprend les quatre méthodes d'analyse suivantes (figure II-14) :

- **Harmoniques du champ magnétique tangentiel** : permet la détermination indirecte des propriétés de la courbe d'hystérésis magnétique, une valeur approximative de la coercivité, H_{CO}.
- **Bruit Barkhausen magnétique** : le logiciel détermine l'enveloppe du signal MBN et les quantités caractéristiques telles que l'amplitude maximale M_{MAX}.
- **Impédance due aux courants de Foucault** : En mesurant l'impédance d'une bobine de mesure, les changements de conductivité et de perméabilité peuvent être détectés avec une grande sensibilité.
- **Perméabilité incrémentale** : des mesures de courant de Foucault multiples pendant le cycle d'hystérésis permettent de tracer les changements de perméabilité en fonction du champ magnétique appliquée H.

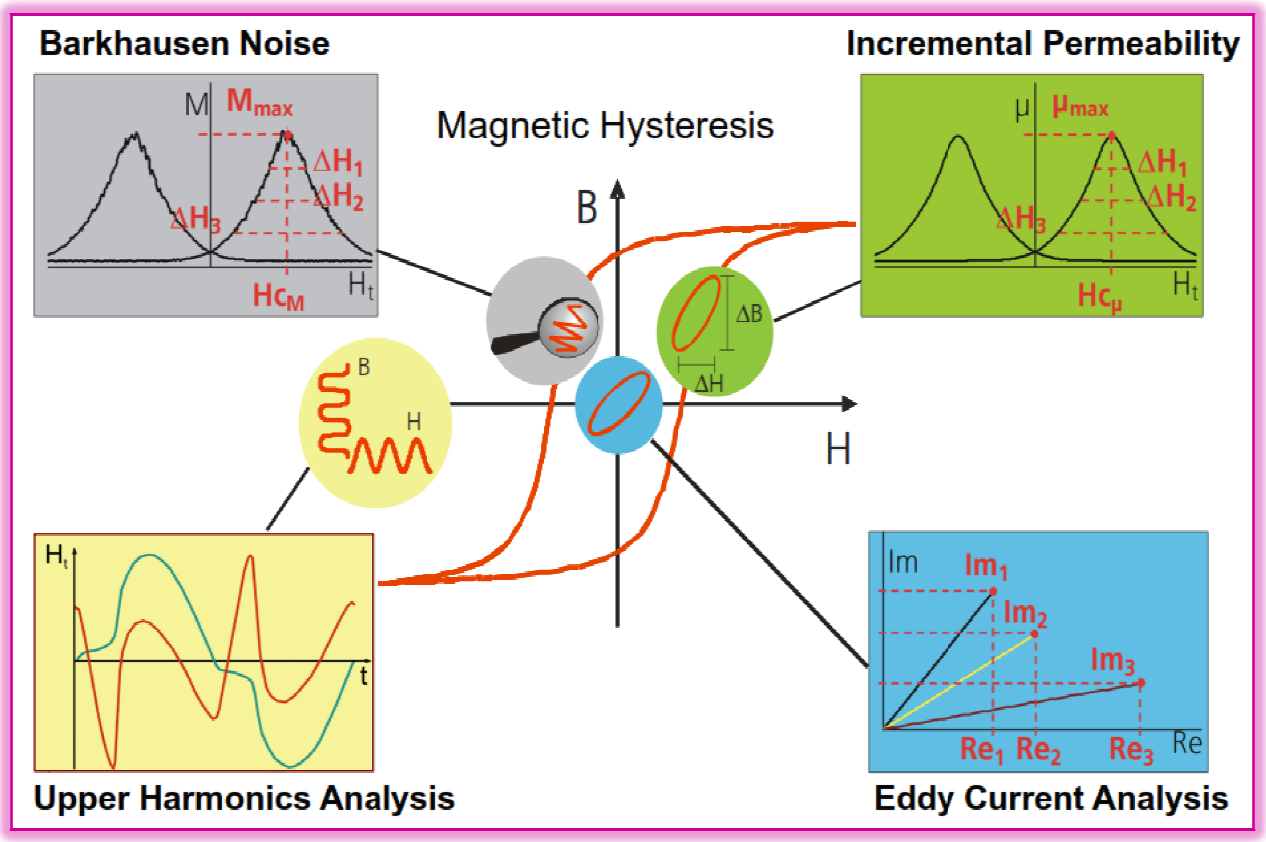


Figure II – 12 Différents signaux obtenu par Le MikroMach et le 3MA

L'avantage que présente le 3MA sur le MikroMach, c'est que le 3MA permet de nous tracer le cycle d'hystérésis, ce cycle constitue une signature des matériaux magnétiques, contrairement au MikroMach.

6. Conclusion

Après une description des phénomènes et des comportements magnétiques des matériaux ferromagnétiques intervenant dans la technique par bruit Barkhausen, nous nous sommes intéressés à la chaine de mesure ainsi qu'à la mesure du bruit Barkhausen et les différents signaux obtenus. Ensuite nous avons décrit la sensibilité du bruit ferromagnétique à la structure du matériau, due à l'interaction microstructure cristalline microstructure magnétique. La technique dite du bruit Barkhausen, a donné lieu à un très grand nombre d'applications dans le cadre en particulier de contrôles non destructif.

Ces connaissances sont indispensables pour le prochain chapitre afin de maîtriser l'appareillage disponible au niveau du laboratoire LPM : le MikroMach.

Chapitre III : Procédures expérimentales

1. Introduction 42
2. Dispositif de mesure 42
3. Procédures expérimentales 43
4. Matériaux étudiés 44
5. Résultats de mesures 45
   5.1 Mesure des harmoniques 45
   5.2 Mesure du bruit Barkhausen 48
   5.3 Mesure de la perméabilité incrémentale 50
6. Détermination de la perméabilité différentielle relative 52
7. Conclusion 54

1. Introduction

Dans ce chapitre, nous allons présenter et discuter les résultats de nos mesures sur les propriétés magnétiques des matériaux ferromagnétiques, en l'occurrence le signal RMS, les harmoniques supérieures et la perméabilité incrémentale, effectuées dans le cadre des mesures par bruit Barkhausen. Les mesures ont été menées avec le capteur magnétique MikroMach (LPM-UATL). Aussi, nous proposons des méthodes pour la détermination de la perméabilité relative à partir des mesures effectuées moyennant des modèles théoriques.

2. Dispositif de mesure

Le dispositif de mesure globale, adopté pour nos mesures par bruit Barkhausen, est présenté sur la figure III-1. Les dimensions et aspect externe du capteur MikroMach sont présentés dans la figure III-2

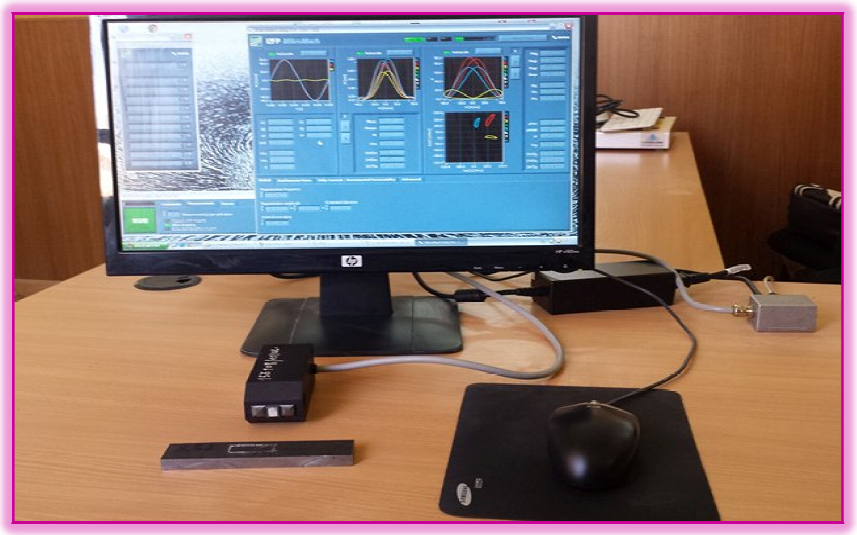


Figure III - 1 Capteur MikroMach piloté par ordinateur

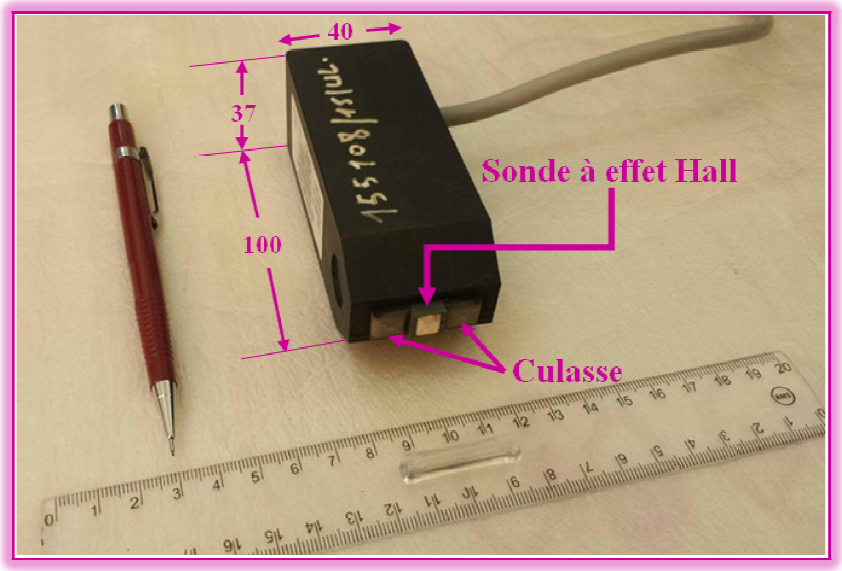


Figure III - 2 Dimensions et aspect externe du capteur MikroMach

3. Procédures expérimentales

Nos mesures sont réalisées sur trois étapes :

➢ Etape 1 : Application de l'excitation magnétique qui permet de magnétiser l'échantillon et détecter la réponse de l'échantillon via le MikroMach, ce dernier doit être maintenu perpendiculairement à la surface de l'échantillon.



Figure III - 3 Positionnement du MikroMach sur l'échantillan durant les mesures

➢ Etape 2 : Le système MMS « Micro Magnetic System » (logiciel d'interface et de traitement entre le capteur et le PC) permet l'acquisition du signal RMS de la réponse du bruit Barkhausen du matériau évalué, qu'à l'analyse Harmonique, et à la variation de la perméabilité incrémentale aux cours de l'excitation magnétique, de saturation à saturation (figure III-4).

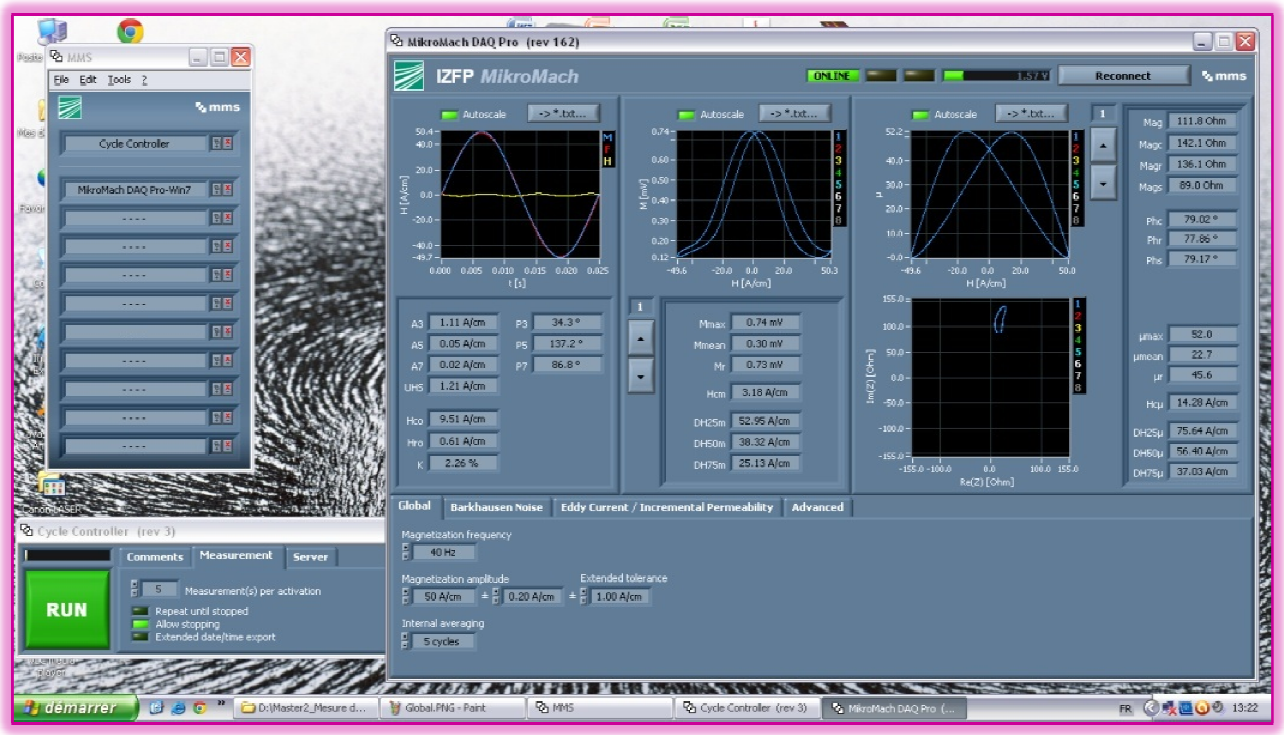


Figure III - 4 Signaux acquis par le MikroMach

➢ Etape 3 : Les différents signaux obtenu sont numérisés et enregistrés comme des fichiers sous format texte, puis traités et exploités sous MatLab.

Les mesures par bruit Barkhausen sont effectuées dans des conditions optimisées et sont présenté dans le tableau III-1:

Tableau III - 1 Conditions optimisées pour la mesure

Paramètres	Réglages
fréquence de magnétisation	40 **Hz**
amplitude de magnétisation	+/- 50 **A/cm**
Sensibilité de sonde à effet Hall	225 **A/cm/A**
Nombre de mesures effectuées	5
Surface de magnétisation	40 **mm^2**

4. Matériaux étudiés

Notre étude est effectuée sur trois différents échantillons d'aciers. Deux d'entre eux sont utilisés pour le transport des hydrocarbures sous une pression de service de 70, 52 bars de dénomination API X70, API X52 suivant la spécification imposée par la norme API 5L (American petroleum Institute). Un troisième matériau est choisi le XC38, acier utilisé en fabrication mécanique. Le tableau III-2 représente la composition chimique des aciers utilisés. La figure III-5 représente les différents échantillons utilisés dans notre étude.

Tableau III - 2 Composition chimique des échantillons étudié

Grade	Composition chimique %							
	C	Si	Mn	P	S	V	Nb	Ti
API 5L X70	0.17	0.45	1.75	0.020	0.010	0.10	0.05	0.06
API 5L X52	0.16	0.45	1.65	0.020	0.010	0.07	0.05	0.04
XC38	0.32-0.39	0.4	0.5-0.8	0.035	0.035	-	-	-



Figure III - 5 Echantillons étudiés : aciers API 5L X52 (1), X52 (2), X70 et XC38

Note : (1) et (2) représente l'échantillon 1 et échantillon 2 de l'acier X52.

5. Résultats de mesures

Des mesures par bruit Barkhausen ont été réalisées sur chacun de ces échantillons et les résultats obtenus sont présentés comme suit :

5.1 Mesure des harmoniques

La figure III-6 montre l'analyse harmonique du champ magnétique d'excitation tangentiel.

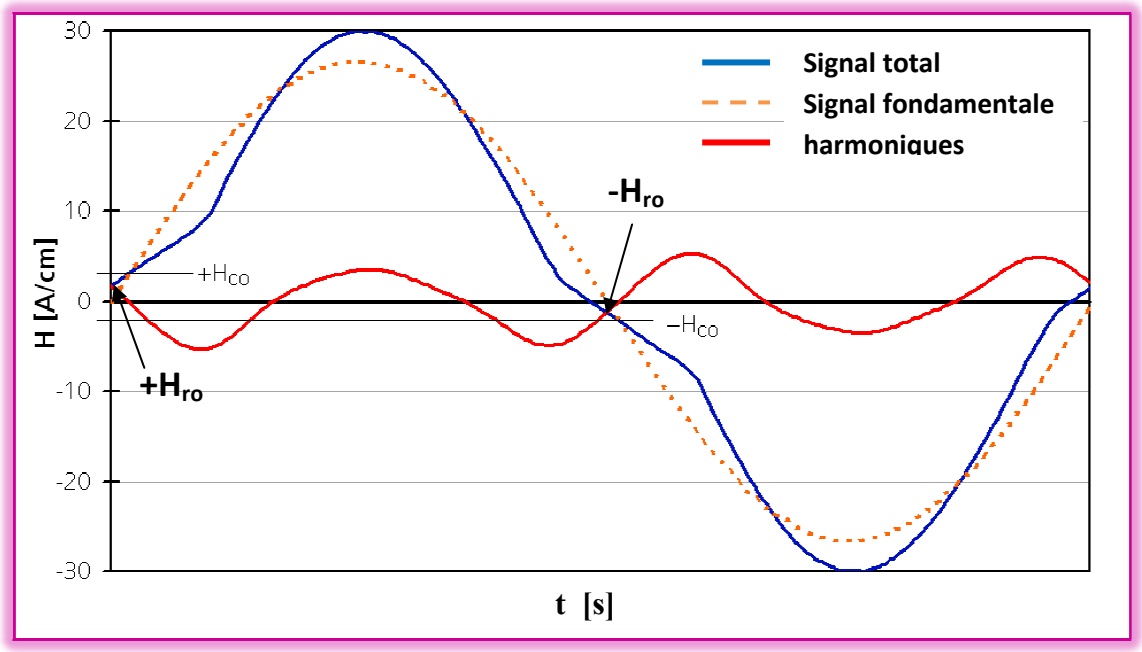


Figure III - 6 L'analyse harmonique du champ magnétique d'excitaton

On peut définir les grandeurs correspondantes à cette analyse harmonique :

H_{meas} : Signale totale.

H_{fund} : Signale fondamentale.

H_{harm} : Les harmoniques.

H_{co} : Le champ qui représente l'intersection entre le H_{fund} et le H_{meas}.

H_{ro} : Le champ qui représente l'intersection entre le H_{harm} et H_{meas}.

K : Le facteur de distorsion qui détermine le rapport en pourcentage des composants harmoniques à la fondamentale [TSC_11] [PIT_90]. En raison de la symétrie de l'hystérésis, seuls des composants harmoniques avec ordre impair se produisent. Comme mesure de la proportion de distorsions non linéaires dans le signal total du champ magnétique tangentiel, le facteur de distorsion K est calculé sur la base des amplitudes de la première harmonique supérieure A_1 , troisième A_3, cinquième A_5 et septième A_7, comme suit :

$$K\,[\%] = 100.\sqrt{\frac{|A_3|^2+|A_5|^2+|A_7|^2}{|A_1|^2}} \qquad \text{(III.1)}$$

La figure III-7 illustre les harmoniques obtenus pour les divers échantillons étudiés. Les valeurs de Hco, Hro et K sont reportées dans le tableau III-3 :

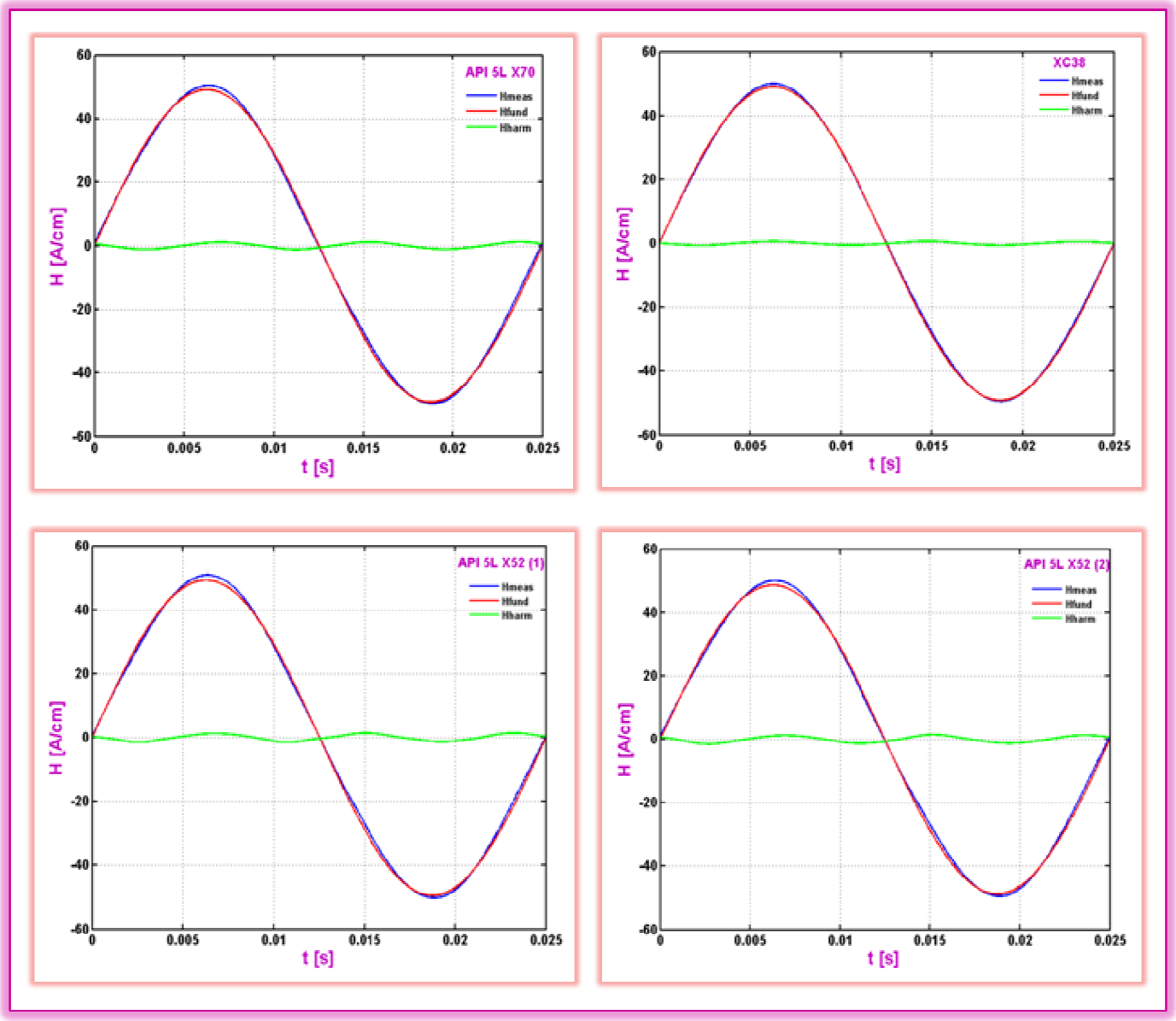


Figure III - 7 Harmoniques des aciers X70, XC38, X52 (1), et X52 (2)

Tableau III - 3 Mesures obtenues par l'analyse harmonique pour chaque échantillan

échantillon	H_{CO} A/cm	H_{RO} A/cm	A_3 A/cm	A_5 A/cm	A_7 A/cm	K %
X70	9.51	0.61	1.11	0.05	0.02	2.26
XC38	2.30	0.07	0.61	0.04	0.02	1.24
X52 (1)	5.98	0.33	1.30	0.04	0.09	2.65
X52 (2)	10.20	0.69	1.27	0.09	0.06	2.62

D'après les valeurs du facteur de distorsion K pour les différents matériaux analysés, on peut constater que l'acier XC38 présente le cycle d'hystérésis le plus symétrique par rapport aux aciers X70, X52 (1) et (2).

5.2 Mesure du bruit Barkhausen

La figure III-8 montre le signale du bruit enregistré lors du mouvement des parois de Bloch ainsi que son lissage qu'est le RMS (Root Mean Square).

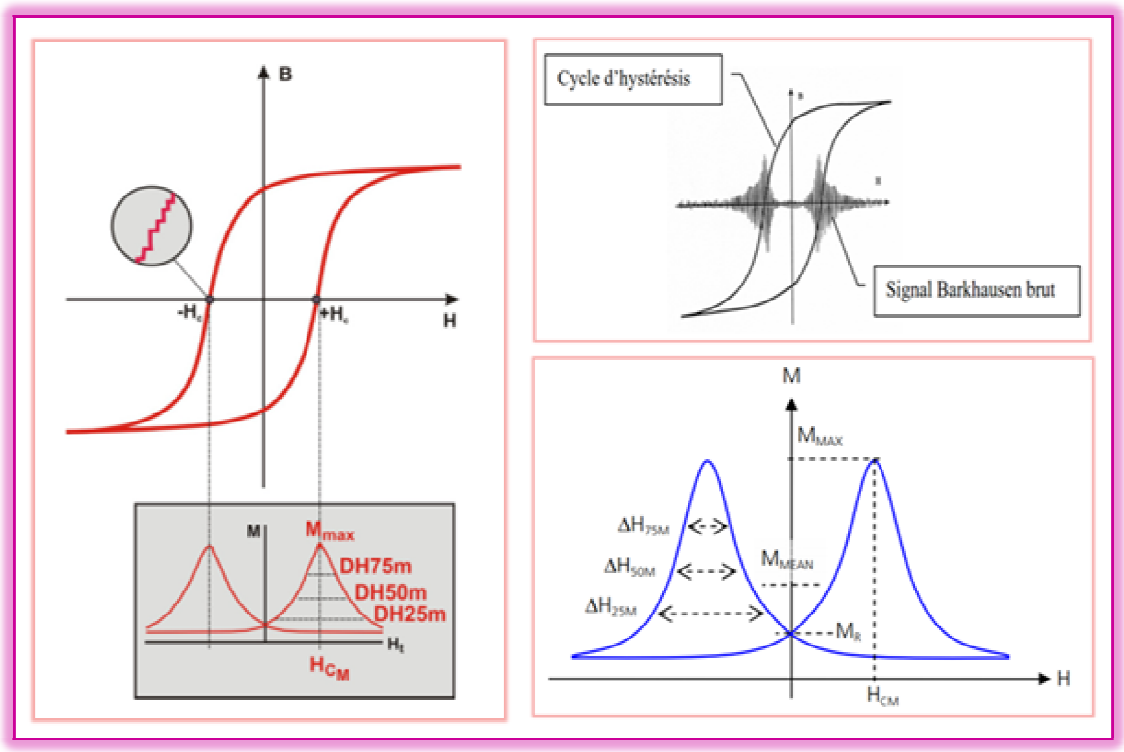


Figure III - 8 Mesure du bruit Barkhausen

On peut définir les grandeurs correspondantes à cette mesure :

H_{cm} : Le champ coercitif. (**$H_{cm} = H_{co}$**)

M_r : L'amplitude du signal RMS (Le bruit obtenue pour un champ d'excitation nul).

M_{max} : L'amplitude moyenne maximale des pics du signal RMS.

M_{mean} : La valeur moyenne du RMS.

DH_{25m}, **DH_{50m}** et **DH_{70m}** : Sont les valeurs correspondantes à la largeur du signale RMS à 25%, à 50%, et à 70 % de l'amplitude maximale du bruit.

Les réponses Barkhausen correspondantes aux différents échantillons étudiés sont représentées sur la figure III-9. Les valeurs H_{cm}, M_r, M_{max}, M_{mean} et ΔH sont reportées dans le tableau III-4 :

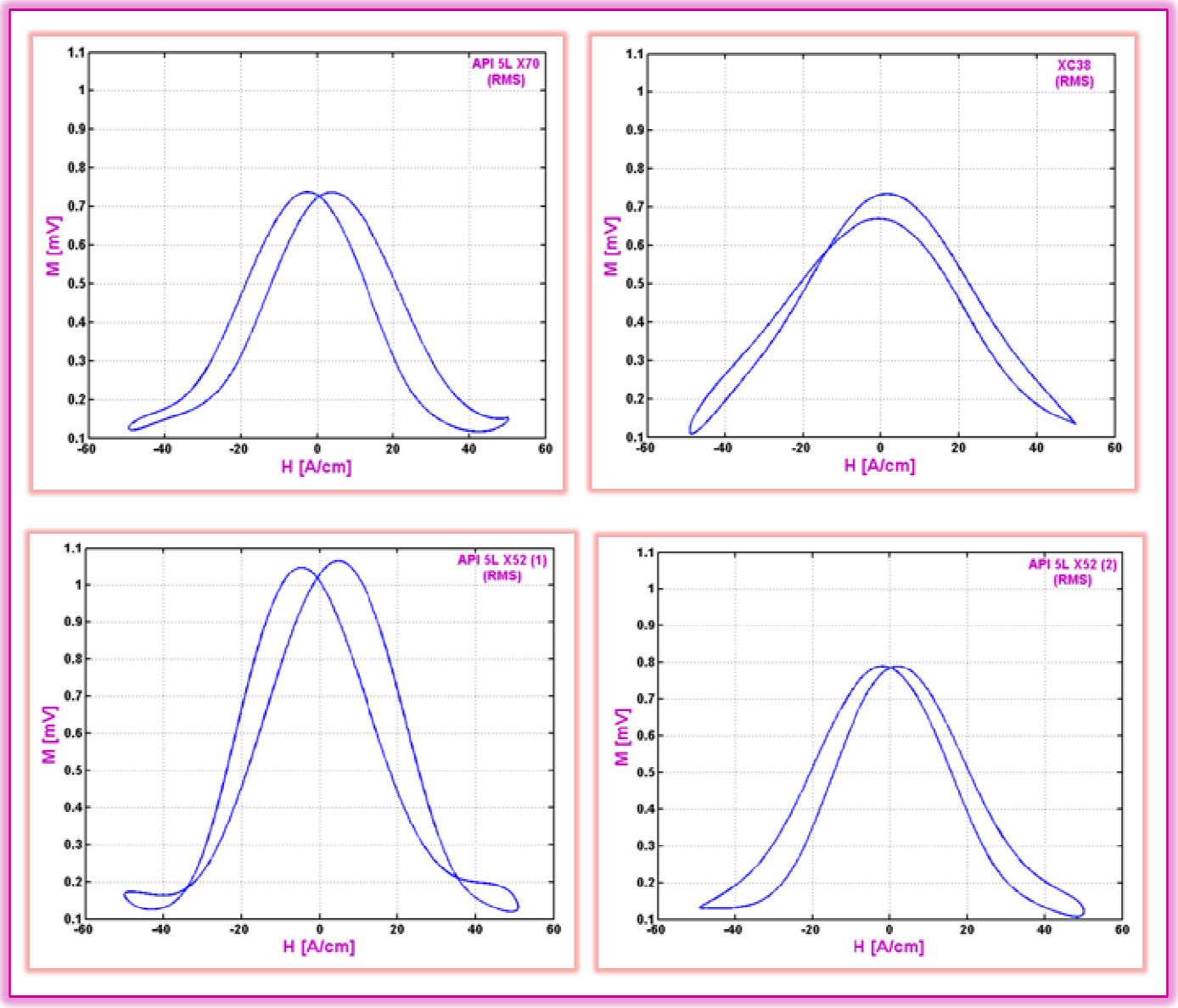


Figure III - 9 Bruit Barkhausen (RMS) pour les aciers X70, XC38, X52 (1), et X52 (2)

Tableau III - 4 Mesures obtenues par bruit Barkhausen (signal RMS) pour chaque échantillon

échantillon	H_{cm} A/cm	M_r mV	M_{max} mV	M_{mean} mV	DH_{25m} A/cm	DH_{50m} A/cm	DH_{75m} A/cm
X70	3.18	0.73	0.74	0.30	52.95	38.32	25.13
XC38	1.04	0.70	0.70	0.35	74.00	52.41	33.95
X52 (1)	- 4.83	1.01	1.06	0.40	52.51	38.16	25.31
X52 (2)	1.99	0.79	0.79	0.33	56.75	40.27	26.34

Les réponses Barkhausen obtenues pour ces aciers représentent des courbes double-pics avec des champs coercitifs relativement faibles de l'ordre de 10^2A/m, ainsi, les valeurs du champ coercitif peuvent nous renseigner sur la dureté magnétique des différents échantillons. Ainsi, l'acier XC38 présente un comportement plus doux que les deux autres.

Les moyennes maximums d'amplitudes des pics des aciers X70, XC38, et X52 (2) sont très proches de l'ordre de 0.74, 0.70, et 0.79 mV contrairement au cas de l'acier X52 (1) qui est de l'ordre de 1.06 mV. Or, la microstructure magnétique dépend de la microstructure cristalline, ainsi, lorsque la taille des grains augmente, Gatelier et Sakamoto [GAT 91] [SAK 87] [AMA 07] constatent une baisse du signal Barkhausen, ce qui implique une microstructure magnétique composée des petits domaines magnétiques dans le cas d'aciers X52 (1) par rapport aux autres aciers.

D'après les DH à 25, à 50 et à 70 %, les largeurs de signale RMS des aciers X70, X52 (1), et X52 (2) sont proches contrairement à l'acier XC38.

5.3 Mesure de la perméabilité incrémentale

La figure III-10 montre la variation de la perméabilité incrémentale lors de la magnétisation.

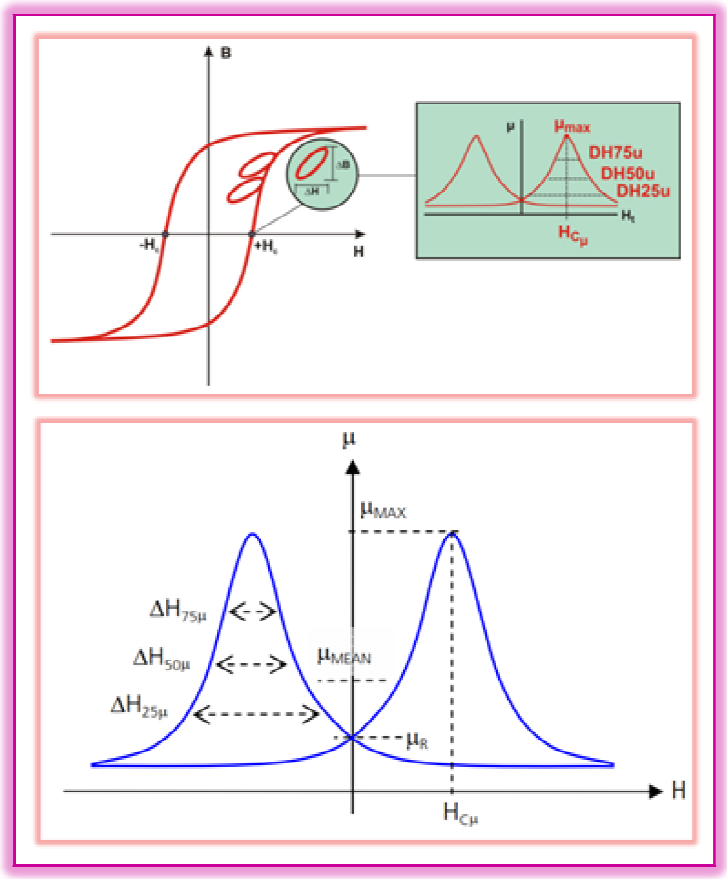


Figure III - 10 Mesure de La perméabilité incrémentale

On peut définir les grandeurs correspondantes à cette mesure :

$H_{C\mu}$: Le champ coercitif correspond à une perméabilité incrémentale maximale.

μ_r : La perméabilité incrémentale relative.

μ_{max} : La perméabilité incrémentale maximale.

μ_{mean} : La perméabilité incrémentale moyenne.

DH_{25m}, DH_{50m} et DH_{70m} : Sont les valeurs corresponds à la largeur de la courbe de la perméabilité incrémentale à 25%, à 50%, et à 70 % de l'amplitude maximale de la perméabilité incrémentale.

Les variations de la perméabilité incrémentale en fonction du champ d'excitation correspondante à ces échantillons sont représentées dans la figure III-11. Les valeurs de $H_{C\mu}$, μ_r , μ_{max}, μ_{mean} et ΔH sont reporté dans le tableau III-5 :

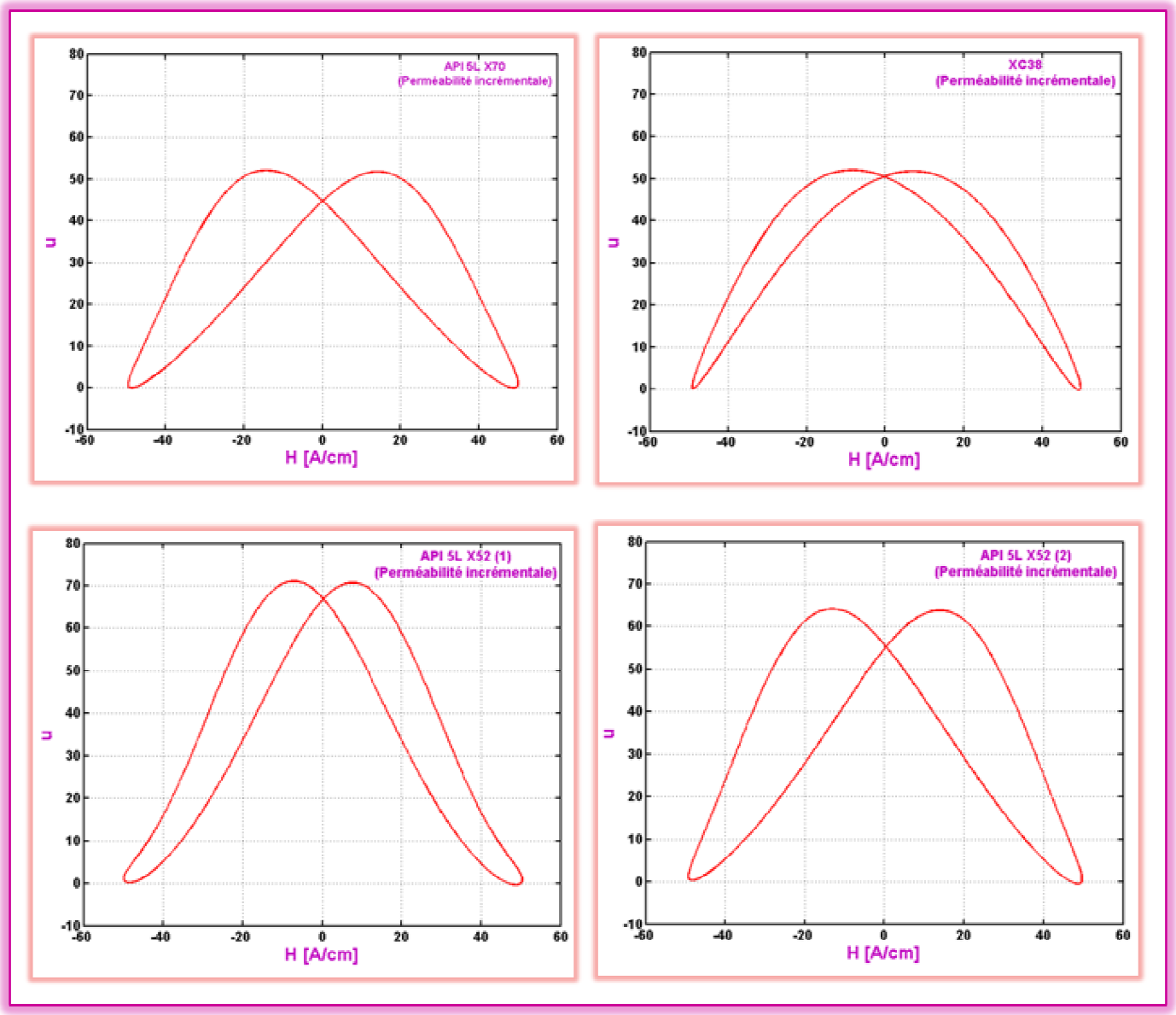


Figure III - 11 Perméabilité incrémentale pour les aciers X70, XC38, X52 (1), et X52 (2)

Tableau III - 5 Propriétés obtenu par l'évolution de la perméabilité incrémentale aux cours de l'excitation magnétique pour chaque échantillon

Echantillon	$H_{c\mu}$ A/cm	μ_r	μ_{max}	μ_{mean}	DH_{25m} A/cm	DH_{50m} A/cm	DH_{75m} A/cm
X70	14.28	45.6	52.0	22.7	75.64	56.40	37.03
XC38	7.86	50.6	52.0	25.6	83.57	67.06	46.87
X52 (1)	7.42	67.7	70.9	27.4	69.28	50.38	32.69
X52 (2)	13.59	56.4	64.0	27.5	74.16	54.88	36.03

Pour les réponses de la perméabilité incrémentale, les courbes présentent un double-pics à-peu-près symétrique par rapport à l'axe du champ nul, ces pics représentent une perméabilité incrémentale maximale donné pour l'acier X70 et acier XC38 de l'ordre de 52, l'acier X52 (1) de 70.9, et pour l'acier X52 (2) de 64, qui nous permettre une facile aimantation pour l'acier X52 (1), diminue dans le cas d'acier X52 (2), et dans le cas des aciers X70 et XC38 l'aimantation est plus difficile par rapport au premier.

D'après la perméabilité incrémentale relative qui correspond aux champs nuls et une induction rémanente, nous constatons que l'acier X52 (1) est facile à désaimanter par rapport aux autres aciers.

6. Détermination de la perméabilité différentielle relative

Nous visons à déterminer la perméabilité relative des matériaux ferromagnétiques à partir des résultats obtenus par le MikroMach, qui sont basés sur le principe de mesure par bruit Barkhausen, et moyennant des modèles théoriques.

- **Méthode 1**

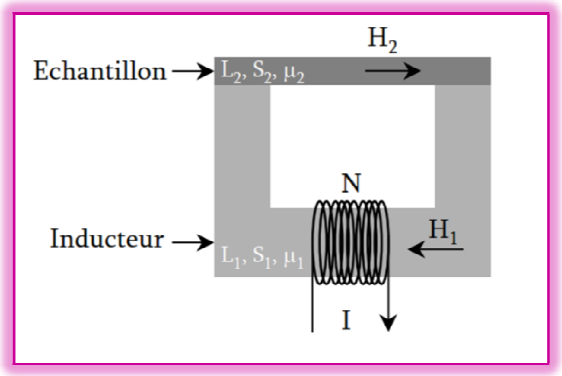


Figure II - 1 Circuit magnétique

Le théorème d'Ampère appliqué au circuit magnétique (figure II-1) permet d'obtenir la relation entre le champ appliqué au barreau et le courant d'excitation comme a été défini dans le chapitre II.4.2 :

$$H_1.L_1 + H_2.L_2 = N.I \quad (II.1)$$

Et la loi de conservation du flux magnétique **Φ** dans le circuit s'écrit :

$$\Phi = B_1.S_1 = B_2.S_2 = \mu_1.H_1.S_1 = \mu_2.H_2.S_2 \quad (II.2)$$

On en déduit l'expression du champ dans l'échantillon en fonction de l'intensité délivrée dans la bobine de l'inducteur :

$$\mathbf{H_2(t) = \frac{N}{\frac{\mu_2.S_2}{\mu_1.S_1}.L_1 + L_2}.I(t)} \quad (II.3)$$

La relation II.3 nous permet d'obtenir l'expression de la perméabilité relative $\boldsymbol{\mu_{r2}}$ de l'échantillon étudié :

$$\mu_{r2} = \frac{1}{\mu_0}\mu_2 = \left(\frac{I(t)N}{H(t)} - L_2\right)\left(\frac{\mu_1 S_1}{\mu_0 S_2 L_1}\right) \quad (III.2)$$

- **Méthode 2**

A partir de la courbe de la variation de la perméabilité incrémentale aux cours de l'excitation magnétique obtenu par les résultats de la mesure, et à partir la relation I.10 (chapitre I.3.3) :

$$\mu_\Delta = \frac{\Delta B}{\Delta H} \quad (I.10)$$

On donne :
$$\mu_{\Delta r} = \mu_\Delta \frac{1}{\mu_0} = \frac{1}{\mu_0}\frac{\Delta B}{\Delta H} = \frac{1}{\mu_0}\frac{B_{max} - B_{min}}{H_{max} - H_{min}} \quad (III.3)$$

Où $\boldsymbol{\mu_{\Delta r}}$ est la perméabilité incrémentale relative, B_{max}, B_{min} sont le maximum et le minimum de l'induction du cycle mineur, et H_{max} , H_{min} sont le maximum et le minimum du champ d'excitation du cycle mineur.

Et on à la relation I-3 qui lie l'induction avec le champ :

$$\vec{B} = \mu\vec{H} = \mu_0\mu_r\vec{H} \quad (I.3)$$

On remplace I.3 dans I.10, on obtient :

$$\mu_{\Delta r} = \frac{1}{\mu_0}\frac{(\mu_r\mu_0 H_{max}) - B_{min}}{H_{max} - H_{min}} \quad (III.4)$$

D'où l'expression de la perméabilité relative :

$$\mu_r = \frac{\mu_{\Delta r}\Delta H - \left(\frac{1}{\mu_0}\right)B_{min}}{H_{max}} \quad \text{(III.5)}$$

On doit noter que dans notre cas, nous ne pouvons exploiter ces méthodes puisque les valeurs μ_1, S_1, L_1 et N correspondants respectivement à la perméabilité, la section et la langueur de la culasse et au nombre de spires de la bobine pour la première méthode, et la valeur de l'induction minimale B_{min} du cycle mineur pour la 2éme méthode sont des paramètres qui ne sont pas donnés par le constructeur de MikroMach.

7. Conclusion

Au cours de ce chapitre, nous avons passé en revue toutes les grandeurs caractéristiques au bruit Barkhausen en l'occurrence la mesure du signal RMS, l'analyse harmonique et la mesure de la perméabilité incrémentale, effectuées dans le cadre de mesures des propriétés magnétiques. Toutes les mesures ont été menées avec le capteur magnétique MikroMach.

A l'instar des données de mesures, nous avons présenté et discuté les résultats de nos mesures sur les propriétés magnétiques des aciers alliés.

Les résultats obtenus montrent que les mesures par bruit Barkhausen nous renseignent sur la microstructure magnétique du matériau et par voie de conséquence sur la microstructure cristalline et ainsi sur la dureté mécanique de ce matériau.

Nous avons proposé des méthodes pour la détermination de la perméabilité relative à partir des mesures effectuées moyennant des modèles théoriques, ainsi nous pouvons accéder au cycle d'hystérésis du matériau qui constitue une vraie signature magnétique de ce dernier.

Conclusion générale

Au cours de ce travail, nous nous sommes intéressé à la mesure des propriétés magnétiques de quelques matériaux ferromagnétiques, en l'occurrence des aciers alliés X70, X52 utilisés pour le transport des hydrocarbures ainsi qu'un troisième acier XC38 (utilisé en fabrication mécanique) à titre de comparaison.

Une recherche bibliographique sur la technique du bruit Barkhausen et les phénomènes magnétiques a été menée.

Tout le travail est réalisé à l'aide d'un appareillage fonctionnant sur la base du bruit Barkhausen : le MikroMach (Mobil Micro Magnetic Analysis Characterization).

Tous les signaux relatifs au bruit Barkhausen, en l'occurrence le signal RMS, l'analyse harmonique du champ magnétique d'excitation et la perméabilité incrémentale ont été mesurés, enregistrés et analysés afin de comparer les caractéristiques magnétiques des matériaux étudiés.

Les résultats obtenus montrent que les mesures par bruit Barkhausen nous renseignent sur la microstructure magnétique du matériau et par voie de conséquence sur la microstructure cristalline et ainsi sur la dureté mécanique de ce matériau.

Références

[ALT 90] I Altpeter, Spannungsmessung und Zementitgehaltsbestimmung in Eisenwerkstoffen mittels dynamischer magnetischer und magnetoelastischer Messgrößen. PhD thesis. Saarland University, Saarbruecken. 1990.

[ALT 02] I. Altpeter, R Becker, G Dobmann, R Kern, WA Theiner, A Yashan, Robust solutions of inverse problems in electromagnetic non-destructive evaluation. Inverse problems 18, pp 1907-1921, 2002.

[AMA 04] Christine D'Amato. Caractérisation non destructive des fontes bainitiques (fontes « ADI ») par bruit Barkhausen et courants de Foucault pulsés. L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. 2004

[AMA 07] HUG AMALRIC. Etude par mesure du bruit Barkhausen de la microstructure et de l'état de contrainte d'aciers biphasés : application aux aciers pour tôle automobile. L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. 2007.

[AMA 10] Mehdi Amara. Cours d'introduction au magnétisme. Institut Néel. C.N.R.S. et UJF. BP 166X. F-38042 Grenoble. France. 2010

[ARB 16] Laure Arbenz. Caractérisation des propriétés électromagnétiques des matériaux magnétiquement doux : application aux roues polaires de machine à griffes. Électromagnétisme. Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2016.

[ASTM 01] ASTM. Standard test method for DC magnetic properties of materials using ring and permeameter procedures with DC electronic hysterisigraph. 2001.

[AZZ 06] M. Azzouz. Identification – Optimisation Paramétrique et Quantification des Pertes dans les Matériaux Ferromagnétiques doux. Thèse de Doctorat. Université de Batna. 2006.

[BAR 19] H.G. BARKHAUSEN. Zwei mit Hilfe der neuen Verstrker entdeckte Erscheinungen. Phys. Z. vol. 20. pp. 401-412.1919.

[BER 98] G.Bertotti. Hysteresis in magnetism. Academic Press. 1998.

[BOL 15] Christian Boller, Chen-Ming Kuo, Georg Seiler, Przemyslaw Kolakowski, Chung-Hsin Kuo, Peter Starke, Jan Holnicki-Szulc. INTEGRATED LIFE CYCLE MANAGEMENT OF AGEING STEEL INFRASTRUCTURE BASED ON SMART TECHNOLOGIES. 7th ECCOMAS Thematic Conference on Smart Structures and Materials. SMART. 2015.

[BRI 97] Pierre Brissoneau. Magnétisme et matériaux magnétiques pour l'électrotechnique. Edition Hermès. Paris. France. 1997.

[BUI 11] Anh Tuan Bui. Caractérisation et modélisation du comportement des matériaux magnétiques doux sous contrainte thermique. Autre. Université Claude Bernard - Lyon I. Français .2011.

[CAT 95] J. CATTY. Etude des relations entre la microstructure, l'état de contrainte d'une part, les propriétés magnétiques et magnétostrictives d'autre part, dans du fer pur et des alliages à bas carbone. Thèse. Lyon : INSA Lyon. 245 p.1995.

[CHA 11] Thibaut Chailloux. Caractérisation et modélisation de matériaux magnétiques en hautes températures en vue d'une application au filtrage CEM. Energie électrique. Université Claude Bernard - Lyon I. 2011.

[CHE 86] Chih-Wen Chen. Magnetism and metallurgy of soft magnetic materials. Dover Publications. 1986.

[CIU 01] F. CIUPRINA. Notes de cours : Science des matériaux de l'électrotechnique. University Politehnica of Bucharest. Bucarest. 2001

[COE 11] J.M.D. Coey. Magnetism and magnetic materials. Cambridge: Cambridge University press. 2011.

[CRA 65] D.J. CRAIK. TEBBLE R.S. Ferromagnetism and ferromagnetic domains. Amsterdam: North- Holland. 337 p. 1965.

[CYR 07] C. Cyr. Modélisation et caractérisation des matériaux magnétiques doux utilisés dans les machines électriques. Lille: ENSAM. 2007.

[DOB 90] G. DOBMANN, HOLLER P. Non-destructive determination of material properties and stresses, 10th international conference on NDE in the nuclear and pressure vessel industries, Glasgow - Scotland.: pp. 641-648. 1990.

[FER] Claude Fermon, Myriam Pannetier-Lecœur . Electronique de spin et capteurs magnétiques. DSM/IRAMIS/SPEC, CEA Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette Cedex. Reflets de la Physique n 18.

[FIO 10] F. Fiorillo. Measurements of magnetic materials. Metrologia. vol. 47. pp. S114-S142. 2010.

[GAT 91] C. GATELIER ROTHEA, P. FLEISCHMANN, J.CHICOIS, R. FOUGERES. Role of microstructural states on the level of Barkhausen noise in pure iron and low carbon iron binary alloys, 5th international symposium on non destructive characterization of materials, Karuizawa - Japan.: pp. 591-602. 1991.

[HAM 15] Oussama Hamrit. Etude des pertes magnétiques dans les matériaux magnétiques destinés aux applications de transport en haute fréquence et sous champ bidirectionnel. Autre. Université Paris-Saclay. 2015.

[HAY 16] W.M. Haynes. CRC Handbook of chemistry and physics. 96th edition. Boca Raton. FL.: CRC Press/Taylor and Francis. 2016.

[HEC 74] C. Heck. Magnetic materials and their applications. Londres: Butterworths. 1974.

[IOR 03] Viorel-Eugen Iordache. Suivi de l'état de contraintes, appliquées et internes, des alliages ferromagnétiques doux par mesure de leurs propriétés magnétiques. Matériaux. Université de Technologie de Compiègne, 2003.

[JIL 91] D. JILES. Introduction to magnetism and magnetic materials. London : Chapman & Hall. 440 p. 1991.

[KAR 14] N. Karimian. J.W. Wilson. A.J. Peyton. W. Yin. J. Liu. et C.L. Davis. Differential permeability behavior of P9 and T22 power station steels. J. Magn. Magn. Mater. vol. 352. pp. 81-90. 2014.

[KED 06] Afef Kedous-Lebouc. Electromagnétisme & matériaux magnétiques pour le Génie électrique. ENSIEG. 2ème NRJ. 2006.

[LEB 05] R. Lebourgeois. Ferrites doux pour l'électronique de puissance. Techniques de l'ingénieur. Référence D2160. 2005.

[MAZ 13] F. Mazaleyrat. Matériaux magnétiques : Des principes aux applications. Cours de l'Ecole Normale Supérieure de Cachan. 2013.

[PAU 98] René Pauthenet. Théorie du magnétisme. Techniques de l'Ingénieur. D 175. 1998.

[PIT 90] H. Pitsch .Die Entwicklung und Erprobung der Oberwellenanalyse im Zeitsignal der magnetischen Tangentialfeldstɔrke als neues Modul des 3MAAnsatzes, Kennziffer 900107-TW, 1990.

[RYU 01] K.S. Ryu, S.H. Nahm, Y.I.Kim, K. M. Yu. B. Kim, Y. Cho, D. Son. Nondestructive evaluation of residual life of 1Cr-1Mo-0.25V steel from reversible magnetic permeability. Journal of magnetic 6(1), 27-30. 2001.

[RYU 02] K. S. Ryu, S. H. Nahm, J. S. Park, K. M. Yu. B. Kim, D. Son. A new nondestructive method for estimating the remanent life of a turbine rotor steel by reversible magnetic permeability. Journal of magnetic and magnetic materials. 251. 196-201. 2002.

[SAK 87] H. SAKAMOTO, M. OKADA, M. HOMMA. Theoritical analysis of Barkhausen noise in carbon steels. IEEE transactions on Magnetics, vol. 23, 5, pp. 2236-2238. 1987.

[SIN 61] J. SINNOTT. Etude théorique et pratique de l'état solide. Paris : Eyrolles. pp. 440-481. 1961.

[SOU 02] Malloum Soultan. Approche du bruit magnétomécanique, application au suivi de la fatigue en flexion rotative. Mécanique [physics.med-ph]. INSA de Lyon. 2002.

[TEB 69] R.S. TEBBLE. D.J. CRAIK. Magnetic materials. New York Wiley-Interscience. 726 p. 1969.

[TRE 99] DU TREMOLET DE LACHEISSERIE. E.. Magnétisme-I Fondements. Grenoble. PUG. 496 p. 1999.

[TSC 11] Ralf Tschuncky. Zur Erlangung des Grades des Doktors der Ingenieurwissenschaften der Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät III Chemie, Pharmazie, Bio- und Werkstoffwissenschaften der Universität des Saarlandes. Saarbrücken. 2011.

Résumé

Ce travail vise la mesure des propriétés magnétiques de quelques matériaux ferromagnétiques et nous nous intéressons en particulier aux aciers microalliés utilisés pour le transport des hydrocarbures tels que les aciers X70 et X52 de la norme API ainsi qu'à l'acier XC38 utilisé en fabrication mécanique. Tout le travail est réalisé à l'aide d'un appareillage fonctionnant sur la base du bruit Barkhausen : le MikroMach (Mobil Micro Magnetic Analysis Characterization). Ainsi, tous les signaux relatifs au bruit Barkhausen, en l'occurrence le signal RMS, l'analyse harmonique du champ magnétique d'excitation et la perméabilité incrémentale sont mesurés, enregistrés et analysés afin de comparer les caractéristiques magnétiques des matériaux étudiés.

Mots clés : **Ferromagnétisme, bruit Barkhausen, sonde à effet Hall, RMS, Perméabilité incrémentale, acier microalliés des pipelines.**

Abstract

This work aims to measuring the magnetic properties of some ferromagnetic materials and we are particularly interested in microalloy steels used for the transport of gaz and oil such as the X70 and X52 steels of the API standard as well as the XC38 steel used in mechanical manufacture. All the work is done using equipment based on Barkhausen noise: the MikroMach (Mobil Micro Magnetic Analysis Characterization). Thus, all the signals relating to the Barkhausen noise, in this case the RMS signal, the harmonic analysis of the excitation magnetic field and the incremental permeability are measured, recorded and analyzed in order to compare the magnetic characteristics of the materials studied.

Keywords: **Ferromagnetism, Barkhausen noise, Hall probe, RMS, Incremental permeability, microalloy steel pipeline.**

ملخّص

يهدف هذا العمل لقياس الخواص المغناطيسية للمواد الفيرومغناطيسية، نهتم بشكل خاص بسبائك الفولاذ المستخدم في نقل الغاز والبترول مثل سبائك X70 و X52 في مقياس API إضافة الى الفولاذ من النوع XC38 المستخدمة في التصنيع الميكانيكي. تم تحقيق هذا العمل باستعمال جهاز يعمل على أساس ضوضاء Barkhausen: MikroMach (Mobil Micro Magnetic Analysis Characterization). وهكذا، فإن جميع النتائج المتحصل عليها من ضوضاء Barkhausen المتعلقة بإشارة RMS، قياس وتسجيل التحليل التوافقي للمجال المغناطيسي المحرض و النفاذية الإضافية تم تسجيلها وتحليلها من أجل المقارنة بين الخواص المغناطيسية للمواد المدروسة.

كلمات مفتاحية : **الفيرومغناطيسية، ضوضاء Barkhausen، مسبار Hall، النفاذية الإضافية، أنابيب سبائك الفولاذ.**