

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
جامعة عمار تليجي بالاغواط
UNIVERSITE AMAR TELIDJI, LAGHOuat



كلية العلوم
Faculté des Sciences
قسم علوم المادة
Département des Science de la Matière

MEMOIRE DE MASTER

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

Présenté par

GUESSAS Saliha

THEME

***Caractérisation d'un acier dual phase X70
par la perméabilité incrémentale***

Soutenu publiquement devant le jury composé de :

M. LEFKAIER Iben Khaldoun	Pr	Président
M. NOUIOUA Ismail	MAA	Examineur
M. NEBAIR Hocine	MAA	Invité
M. HELIFA Bachir	Pr	Encadreur

Année universitaire 2021/2022

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail

A mes très chers parents

ma mère et mon père

A toute ma famille

A tous mes amis-es

*A tous mes enseignants qui ont contribué à ma formation le
long 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*

Remerciements

*Les travaux présentés dans ce mémoire ont été effectués au sein du laboratoire de physique des matériaux de l'université de Laghouat (**LPM-UATL**), je remercie Monsieur **Iben Khaldoun LEFKAIER**, professeur à l'université de Laghouat et directeur du laboratoire LPM, 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 voudrais dans un premier temps remercier, mon directeur de mémoire M. **HELIFA Bachir**, professeur à l'université de Laghouat, pour sa patience, sa disponibilité et surtout ses judicieux conseils, qui ont contribué à alimenter ma réflexion, et pour le temps qu'il a consacré à m'apporter les outils méthodologiques indispensables à la conduite de cette recherche. Son exigence m'a grandement stimulé.*

*Je remercie infiniment Monsieur **NEBAIR Hocine**, enseignant à l'école normale supérieure de Laghouat, pour toute l'aide qui m'a apporté et tout le temps passé pour mener à bien les mesures expérimentales et aussi pour avoir accepté de faire partie de ce jury.*

*Je remercie également Monsieur **NOUIOUA Ismail**, enseignant à l'université de Laghouat pour avoir accepté de faire partie de ce jury afin d'examiner et d'évaluer ce travail.*

*Mes remerciements vont à tous les membres du **LPM**, je remercie en particulier, tous les étudiants doctorants du laboratoire (Ahmed DAASS, Dalal TOUIL, Fadia OUBATI, Fatima BARRARAT) pour leur aide et leur disponibilité.*

Je ne peux terminer ce préambule sans remercier mes parents, mes frères et sœurs : Fatima Zohra, Amina, Mohamed Lamine, Laid, Mostapha, Wahiba pour leur présence continue et leur soutien inconditionnel.

ملخص : يهدف هذا العمل إلى قياس النفاذية المغناطيسية التدريجية للمواد المغناطيسية من أجل البحث عن الارتباطات المحتملة بين هذه النفاذية المغناطيسية التدريجية والصلابة الميكانيكية لمادة مغناطيسية. نهتم بشكل خاص بسبائك الفولاذ المستخدمة في نقل النفط والغاز، مثل سبائك X70. تم تحقيق هذا العمل باستخدام جهاز يعتمد على ضوضاء Barkhausen، والمسمى بـ MikroMach (Mobil Micro Magnetic Analysis Characterization). أوضحت هذه الدراسة أن هناك علاقة بين النفاذية المتزايدة والصلابة الميكانيكية. تؤدي الزيادة في الصلابة إلى زيادة السعة القصوى للنفاذية المغناطيسية التدريجية، وبالتالي وجود ارتباط بين الصلابة المغناطيسية التي يمثلها المجال القسري والصلابة الميكانيكية للمادة.

Abstract : This work aims to measure the incremental magnetic permeability of ferromagnetic materials in order to search for a possible correlation between this incremental magnetic permeability and the mechanical hardness of a ferromagnetic material. We are particularly interested in alloy steels used in the transportation of oil and gas, such as the X70 alloy. This work was carried out using a device based on Barkhausen noise, in this case the MikroMach (Mobil Micro Magnetic Analysis Characterization). This study revealed that there is a correlation between incremental permeability and mechanical hardness. An increase in hardness leads to an increase in the maximum amplitude of the incremental magnetic permeability, and consequently the existence of a correlation between the magnetic hardness represented by the coercive field and the mechanical hardness of the material.

Résumé : Ce travail vise à mesurer la perméabilité magnétique incrémentale des matériaux ferromagnétiques afin de rechercher une éventuelle corrélations entre cette perméabilité magnétique incrémentale et la dureté mécanique d'un matériau ferromagnétique. Nous nous intéressons particulièrement aux aciers alliés utilisés dans le transport du pétrole et du gaz, tel que l'alliage X70. Ce travail a été réalisé grâce à un dispositif basé sur le bruit Barkhausen, en l'occurrence le MikroMach (Mobil Micro Magnetic Analysis Characterization). Cette étude a révélé qu'il existe une corrélation entre la perméabilité incrémentale et la dureté mécanique. Une augmentation de la dureté et/ou une diminution de la taille des grains conduit à une augmentation de l'amplitude maximale de la perméabilité magnétique incrémentale, et par voie de conséquence l'existence d'une corrélation entre la dureté magnétisme représentée par le champ coercitif et la dureté mécanique du matériau.

Sommaire

Dédicaces.....	1
Remerciements.....	
Liste des figures.....	i
Liste des Tableaux.....	ii
Introduction générale.....	1

Chapitre I : perméabilité incrémentale et magnétisme de la matière

Chapitre I : <i>perméabilité incrémentale et magnétisme de la matière</i>	1
List des Tableaux.....	4
Liste des figures	5
1 Introduction.....	4
2 Les différents comportements magnétiques des matériaux	4
2.1 Le magnétisme du point de vue microscopique	4
2.2 Aspect macroscopique du magnétisme	5
2.3 Les différents comportements magnétiques au niveau atomique	5
2.3.1 Le magnétisme désordonné « magnétisme ordinaire »	6
2.3.2 Le magnétisme ordonné « magnétisme extraordinaire »	6
3 Le ferromagnétisme à l'échelle du cristal	6
3.1 Microstructure ferromagnétique	6
3.1.1 Domaines de Weiss et les parois de Bloch	6
3.2 Aimantation d'un matériau ferromagnétique.....	8
3.2.1 Courbe de première aimantation.....	8
3.2.2 Cycle d'hystérésis	9
3.2.3 Perméabilité magnétique	10
4 Systèmes de caractérisation microstructurale des matériaux magnétiques	12
4.1 Montage électroaimant.....	12
4.1.1 Hystérésigraphe.....	12
4.1.2 Perméamètre.....	14
4.1.3 Méthode fluxmétrique utilisant un Lock in	15

4.2	Méthode par bruit Barkhausen	16
5	Conclusion	18
1	Introduction.....	20
2	Technique de mesure par bruit barkhausen	21
2.1	Dispositif de mesure.....	21
2.1.1	Montage globale.....	21
2.1.2	Chaine de mesure.....	22
3	Réponse Barkhausen par le système MikroMach	26
3.1	Perméabilité incrémentale	27
4	Influence de la microstructure cristalline.....	28
5	Applications	30
6	Différents appareillages utilisés dans la technique par bruit Barkhausen.....	31
6.1	3MA: « Micromagnetic Multiparameter Microstructure and Stress Analysis »	31
6.2	MikroMach: « Mobil Micro Magnetic Analysis and Characterization ».....	31
7	Conclusion	33
1	Introduction.....	36
2	Dispositif de mesure.....	36
3	Procédures expérimentales.....	36
4	Matériaux étudiés	39
5	Résultats de mesures	40
6	Conclusion	45
	Conclusion générale.....	41
	Références.....	44

List des Tableaux

1	Tableau I.1 - Différentes perméabilités magnétiques [HEC 74]	11
2	Tableau II.1 - Différents signaux obtenu par un système de bruit Barkhausen [GAB 12].....	26
3	Tableau II.2 - Paramètres qui obtenues d'après le cycle de la perméabilité incrémentale par le	27
4	Tableau III.1 - Conditions optimisées pour la mesure [CHE 16]	38
5	Table III.2 Composition chimique en (% massique) de la gamme d'acier de grade API5L X70.....	39
6	Tables (III.3 , III.4, III.5) Valeurs obtenue par les cycles de la perméabilité incrémentale pour des échantillons traités	41

Introduction générale

Introduction générale

Les techniques basées sur les mesures de perméabilité incrémentielle magnétique (MIP) aident à élucider les propriétés physiques / mécaniques, qui sont corrélées avec les propriétés magnétiques du matériaux. Dans ce mémoire, la méthode MIP a été appliquée pour mesurer la perméabilité magnétique 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 bars [GUP 19].

Les matériaux magnétiques sont des éléments clés des dispositifs électriques rendus indispensables par leur capacité à convertir l'énergie et par leur sensibilité aux stimuli de leur environnement [OUL10]. Aussi, les aciers (dual phase) ferromagnétiques présentent des caractéristiques mécaniques intéressantes qui sont attrayantes pour l'industrie, en particulier le secteur automobile, les sociétés pétrolières et gazières, les applications d'ingénierie, en raison de leur comportement de l'élasticité continue, le taux d'érouissage initial élevé et la ductilité relativement élevée sont les propriétés mécaniques intéressantes des aciers dual phase par rapport aux aciers (HLE) conventionnelle [MAZ 06].

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].

Dans ce travail, 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 la perméabilité incrémental des matériaux.

Pour mener à bien notre travail, Ce mémoire est divisé en trois chapitres :

Chapitre 01 : présente une recherche bibliographique sur le magnétisme dans les matériaux ferromagnétiques , les différents types de matériaux magnétiques, en particulier les

ferromagnétiques, leur microstructure magnétique, les ferromagnétiques dur et doux, la perméabilité magnétique, Aussi, présentons-nous un ensemble de techniques de mesure par bruit Barkhausen comme une technique de CND.

Chapitre 02 : présente le mode expérimentale de notre étude, 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

Chapitre 03 : présente les résultats et les interprétations, plus particulièrement la présentation de mesure du la perméabilité incrémental des aciers X70. Et on terminera par une conclusion générale.

Chapitre I

*Perméabilité incrémentale et
magnétisme de la matière*

1 Introduction

Ce chapitre est consacré aux notions générales du magnétisme, en particulier des matériaux ferromagnétiques, et aux méthodes de mesure de la perméabilité magnétique de ces matériaux. Nous introduisons la technique de caractérisation non destructive des matériaux ferromagnétique par bruit Barkhausen et nous nous intéressons qu'à la perméabilité magnétique incrémentale introduisant ainsi les principes physiques, le matériel, la chaîne de mesure et les différents signaux obtenus.

2 Les différents comportements magnétiques des matériaux

2.1 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-1) [ARB 16], et dont la superposition conduit au moment magnétique m de l'atome [CYR 00].

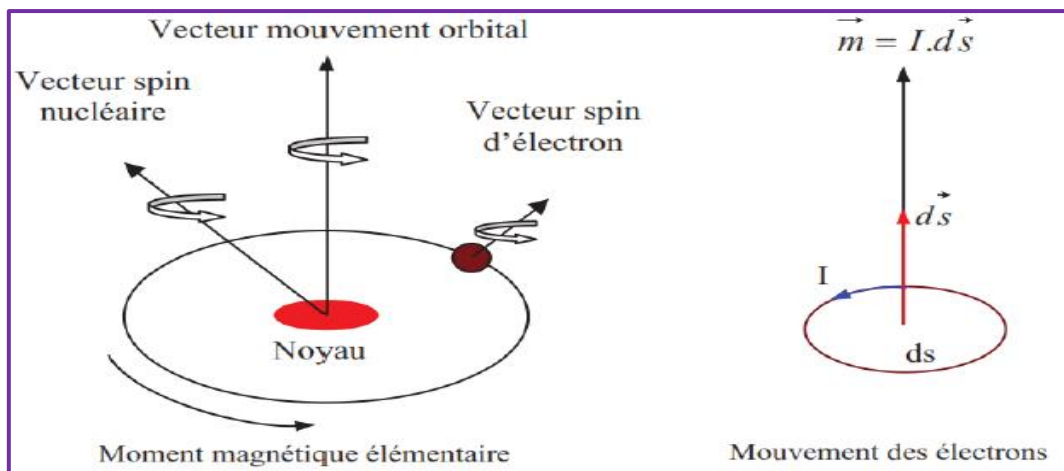


Figure I-1 - Représentation schématique de l'origine du moment magnétique d'un atome (cas d'un électron) [ARB 16]

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

2.2 Aspect macroscopique du magnétisme

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 (A/m).

Les principales grandeurs magnétiques macroscopiques qui caractérisent la nature magnétique d'un matériau représentatives de ce comportement sont les suivantes [CYR 00, COE 11, HEC 74] :

- l'aimantation M (A/m)
- l'induction magnétique B (T)
- la susceptibilité χ ou la perméabilité μ (sans dimension)

Ces différents paramètres sont reliés entre eux par les lois fondamentales suivantes :

$$\vec{B} = \mu_0 (\vec{H} + \vec{M}) \text{ et } \vec{M} = \chi \vec{H} \text{ d'où } \vec{B} = \mu \vec{H} = \mu_0 \mu_r \vec{H} \text{ d'où } \mu_r = 1 + \chi \quad \text{I.1}$$

μ_r : la perméabilité relative du matériau

$\mu_0 : 4\pi \cdot 10^{-7}$: la perméabilité du vide

2.3 Les différents comportements magnétiques au niveau atomique

Selon les propriétés magnétiques, on classe les matériaux dans deux grandes catégories : les magnéto-ordonnés, dit magnétiques, et les magnéto-désordonnés, dit amagnétiques.

2.3.1 Le magnétisme désordonné « magnétisme ordinaire »

Les matériaux amagnétiques (magnétisme désordonné ou ordinaire) sont classés selon deux catégories :

- les paramagnétiques
- les diamagnétiques

2.3.2 Le magnétisme ordonné « magnétisme extraordinaire »

Dans les matériaux magnétiques (magnétisme ordonné ou extraordinaire), on distingue trois types :

- les ferromagnétiques
- les antiferromagnétiques
- les ferrimagnétiques

3 Le ferromagnétisme à l'échelle du cristal

3.1 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 Domaines de Weiss et les 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 ($\cong 10 \mu\text{m}$) 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-2.a). En présence d'un champ magnétique externe H, les domaines orientés favorablement par rapport au champ extérieur vont croître au détriment des autres domaines et le matériau est faiblement aimanté (figure I-2.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-2.c) [CIU 01].

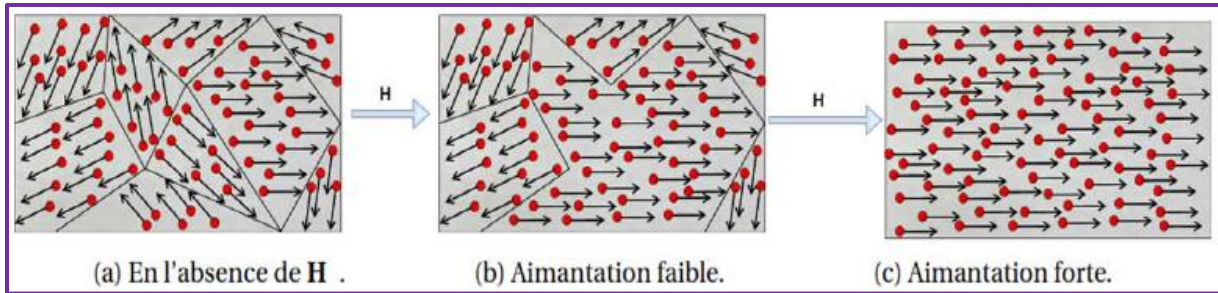


Figure I-2 - Orientation des moments magnétiques dans le cas d'un matériau

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-3, 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.

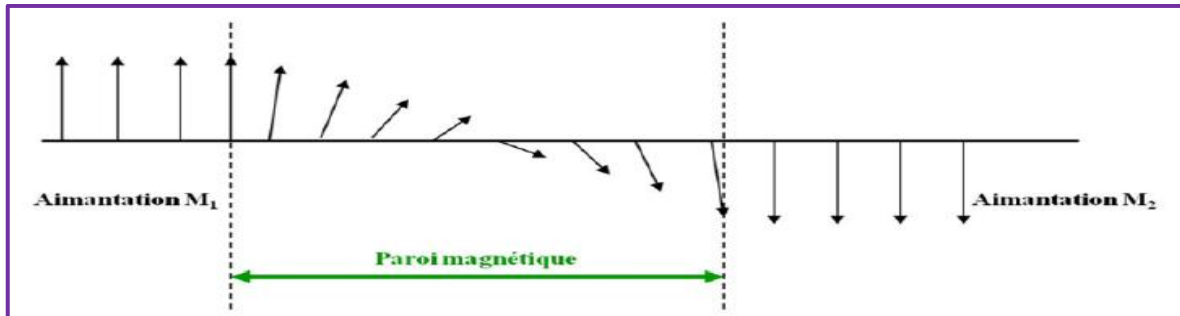


Figure I-3 - Rotation continue de l'aimantation dans une paroi de Bloch

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].

3.2 Aimantation d'un matériau ferromagnétique

3.2.1 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 \mathbf{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-4).

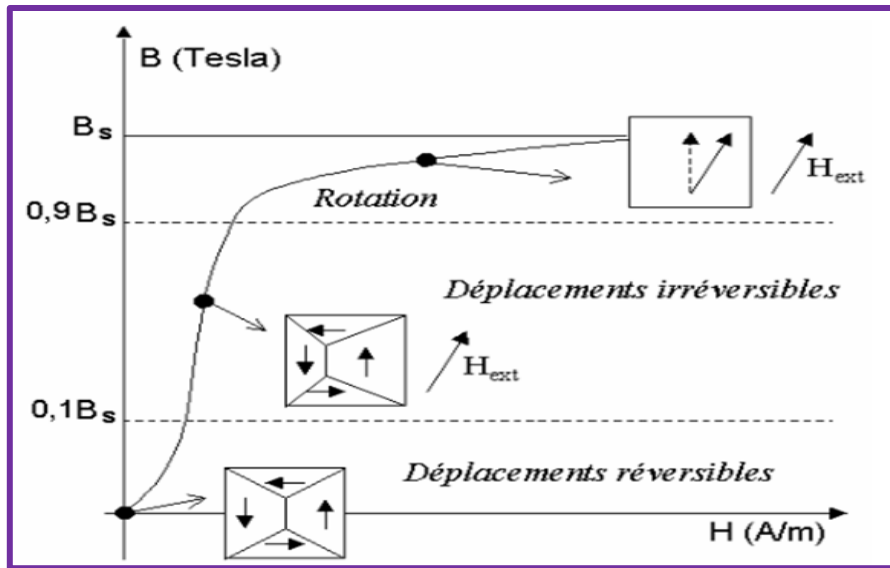


Figure I-4 - Courbe de première aimantation d'un matériau ferromagnétique et processus microscopiques correspondants

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

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.

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.

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 B_s . Le mécanisme de rotations des moments élémentaires est réversible.

3.2.2 Cycle d'hystérésis

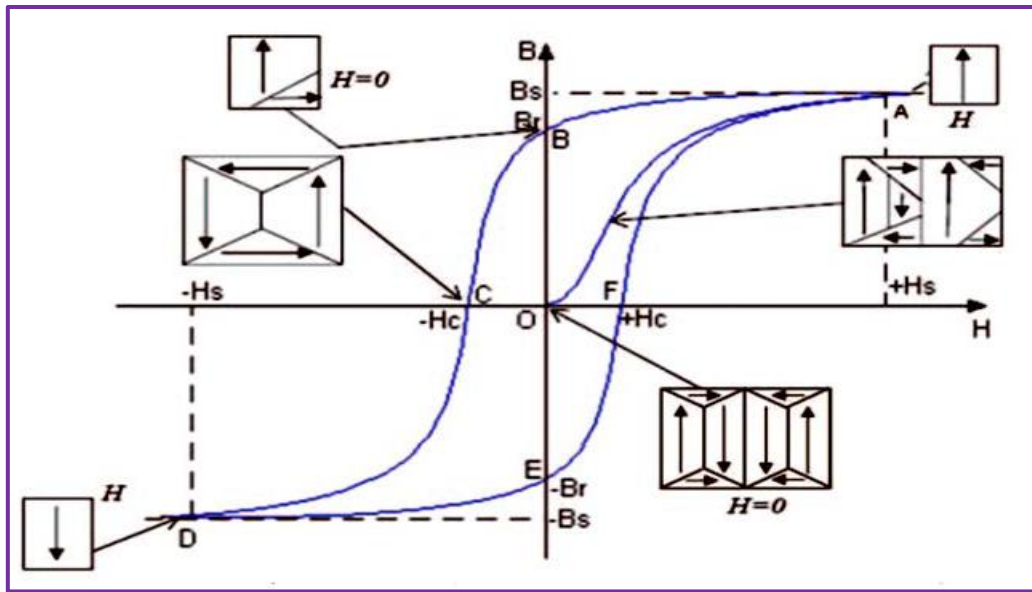


Figure I-5 - Courbe de première aimantation (OA) et le cycle d'hystérésis (ABCDEFA) d'un matériau ferromagnétique [AZZ 06] [BUI 11]

Pour décrire le phénomène d'hystérésis, on suivra au même temps la description ci-dessous et la courbe de la figure I.5.

Enfin, pour des valeurs de champ élevées, se produit la rotation des directions d'aimantation des domaines de Weiss hors des axes de facile aimantation, afin de s'aligner sur la direction du champ appliqué. Ce phénomène irréversible correspond à la saturation magnétique. En fait, l'aimantation augmente encore très lentement lorsque le champ magnétique augmente, même dans le domaine de saturation. En fait, l'agitation thermique gêne l'alignement des moments élémentaires. Ainsi, la saturation magnétique ne peut être réellement atteinte qu'à une température de 0°K. Pour des températures supérieures, il est alors nécessaire d'appliquer un champ plus intense afin d'atténuer cet effet thermique. Du fait de l'agitation thermique, l'aimantation à saturation est la limite de l'aimantation lorsque le champ tend vers l'infini [LEF 05].

L'hystérésis de l'aimantation est un phénomène propre aux matériaux ferromagnétiques. Selon la forme du cycle d'hystérésis, on distingue deux types de matériaux ferromagnétiques (figure 1.6).

Les ferromagnétiques doux $H_c \downarrow B_r \downarrow$

Les ferromagnétiques durs $H_c \uparrow B_r \uparrow$

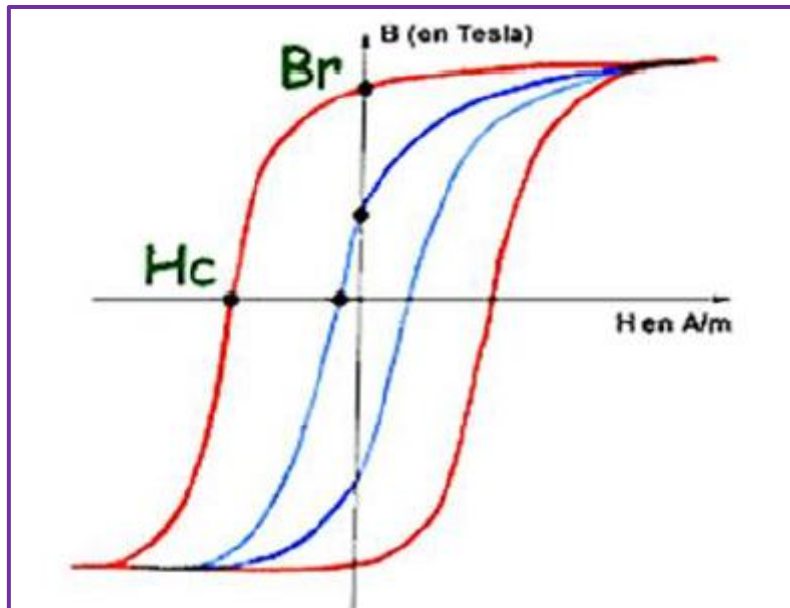


Figure I.6 - Cycle d'hystérésis des ferromagnétiques doux et durs

3.2.3 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 \mathbf{B} et \mathbf{H} et peut être relative ; c'est-à-dire divisée par la perméabilité du vide μ_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]. En effet, les types de perméabilités exposées dans la littérature sont nombreuses (figure I.7) sont présentées dans le tableau I.1.

Tableau I.1 - Différentes perméabilités magnétiques [HEC 74]

Type	Formule	Définition
Perméabilité absolue	$\mu = \frac{B}{H} = \mu_0 \mu_r$ I.2	En tout point sur la courbe B(H), En (H/m).
Perméabilité relative	$\mu_r = \chi + 1$ I.3	normalisée par rapport à la perméabilité du vide.
Perméabilité initiale	$\mu_i = \lim_{H \rightarrow \infty} \frac{B}{H}$ I.4	correspond à la perméabilité magnétique lorsque le matériau est désaimanté et excité à basse fréquence et à très faible champ.
Perméabilité différentielle	$\mu_{dif} = \frac{dB}{dH}$ I.5	représente la pente de la tangente en un point B(H).
perméabilité incrémentale	$\mu_{\Delta} = \frac{\Delta B}{\Delta H}$ I.6	obtenue par une variation de champ autour d'un point de l'aimantation.
perméabilité réversible	$\mu_{rev} = \lim_{\Delta H \rightarrow 0} \frac{\Delta B}{\Delta H}$ I.7	cas particulier de la perméabilité incrémentale, est obtenue par une très faible variation de champ.

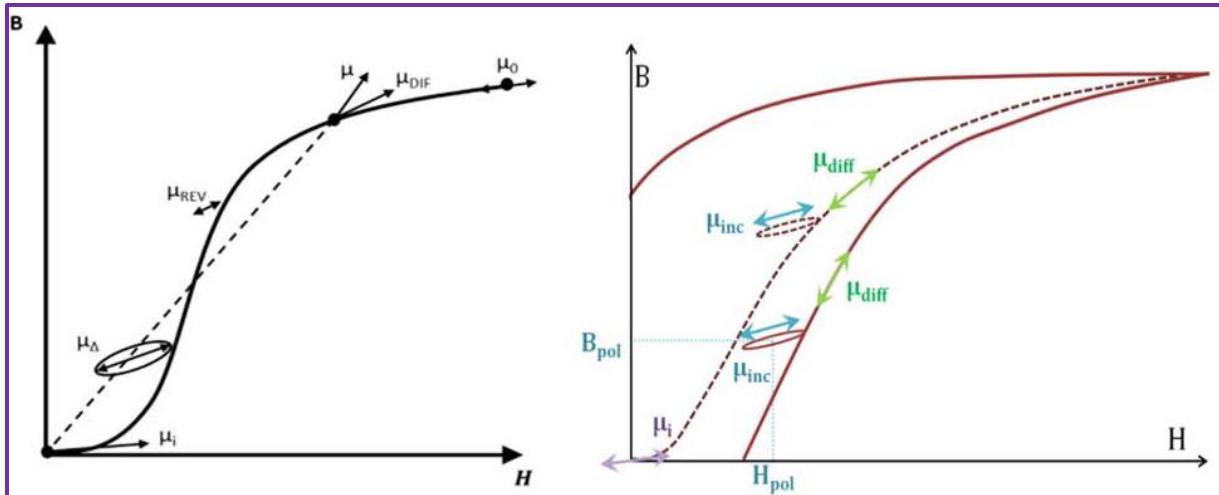


Figure I-7 - Représentation des différentes perméabilités [MAZ 13] [ARB 16]

4 Systèmes de caractérisation des matériaux magnétiques

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-8) ou des cadres Epstein (Figure I-9).

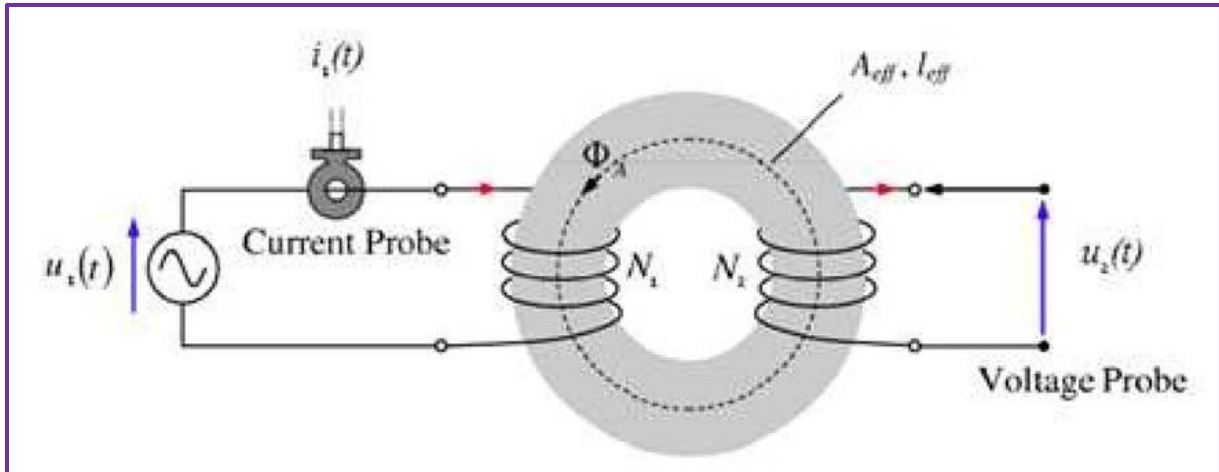


Figure I-8 - Schéma de principe de l'hystérésigraphe - méthode du transformateur

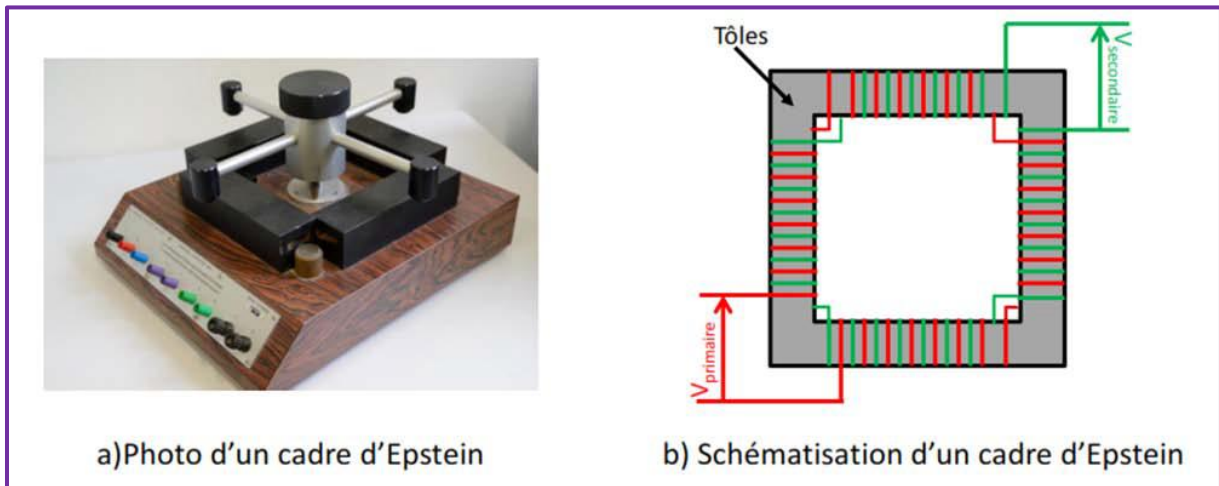


Figure I-9 - Cadre d'Epstein

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

$$N_1 i_1(t) = \oint H(t) \cdot dl \approx H(t) \cdot l_{eff} \quad I.8$$

Alors :

$$H = \frac{N_1}{l_{eff}} i_1(t) \quad I.9$$

Où N_1 est le nombre de spires de l'enroulement primaire, l_{eff} la longueur moyenne du circuit magnétique et $i_1(t)$ le courant dans l'enroulement primaire. L'induction est mesurée par intégration de la tension à vide aux bornes de l'enroulement secondaire :

$$u_2(t) = N_2 \frac{d\Phi_A}{dt} \approx A_{\text{eff}} N_2 \frac{dB}{dt} \quad \text{I.10}$$

Donc

$$B = \frac{1}{A_{\text{eff}} N_2} \int u_2(t) dt \quad \text{I.11}$$

Où N_2 est le nombre de spires de l'enroulement secondaire, A_{eff} est la section du circuit magnétique, Φ_A est le flux à travers cette section et $u_2(t)$ 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 $\mathbf{B}(\mathbf{H})$ de l'échantillon sous test [FIO 10]. L'échantillon est entouré par une bobine d'excitation permettant de générer le champ magnétique \mathbf{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 \mathbf{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.

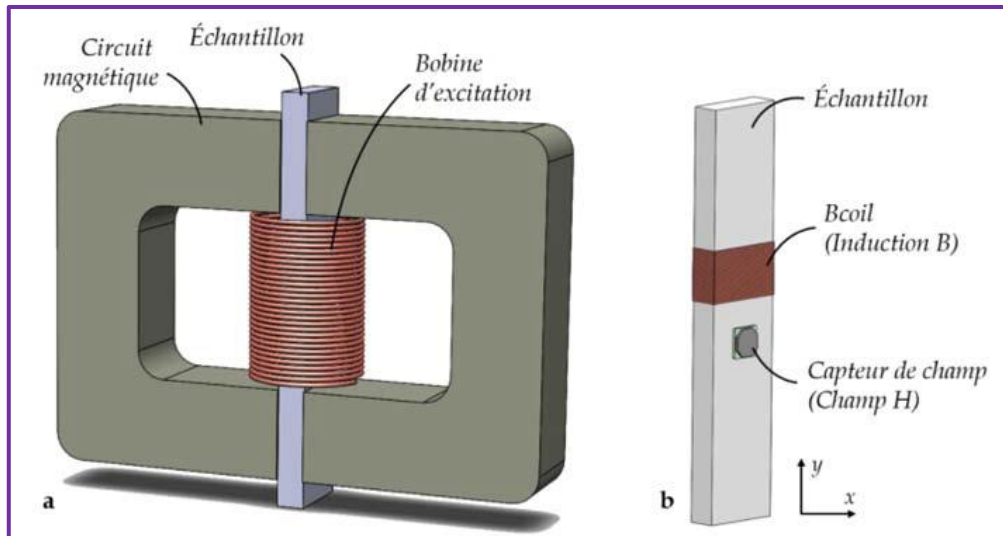


Figure I-10 - (a) Méthode du perméamètre. (b) Détail de l'échantillon

La mesure du champ \mathbf{H} est réalisée par l'intermédiaire d'un capteur de champ. Le capteur, dont l'axe de sensibilité est orienté selon y (figure I-10), 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 N_{B-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 e [V], ou force électromotrice, aux bornes de la B-Coil. 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 partir de e par :

$$B = \frac{1}{N_{B-Coil} S_{EC}} \int e(t) dt \quad I.12$$

où 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-11. 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.

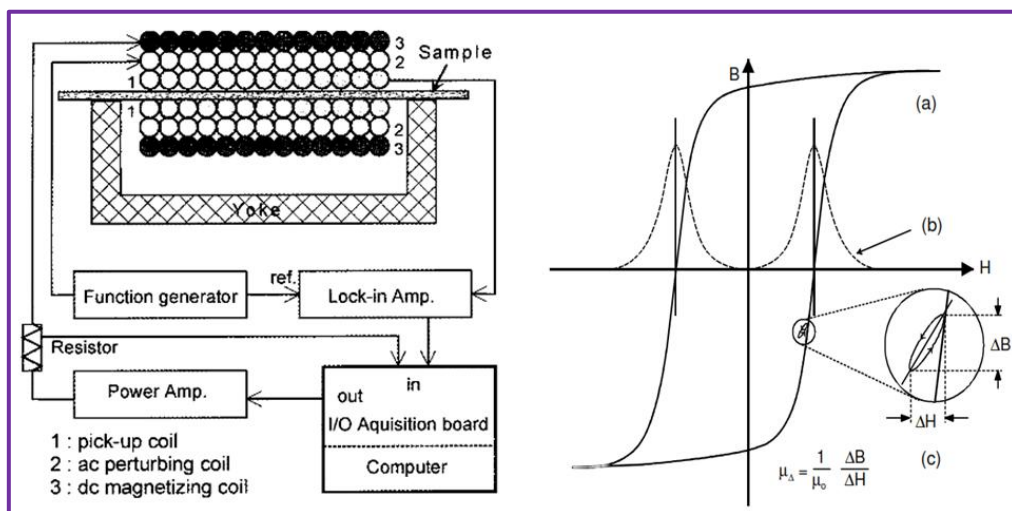


Figure I-11 - Diagramme de mesure (à gauche). Cycle d'hystérésis et la perméabilité réversible (à droite), où (a) cycle d'hystérésis B-H, (b) Profils des valeurs absolue de la perméabilité réversible, et (c) la perméabilité magnétique incrémentale [RYU]

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-12). Ce phénomène est dû au mouvement des parois de Bloch qui se fait par « sauts » successifs [AMA 07].

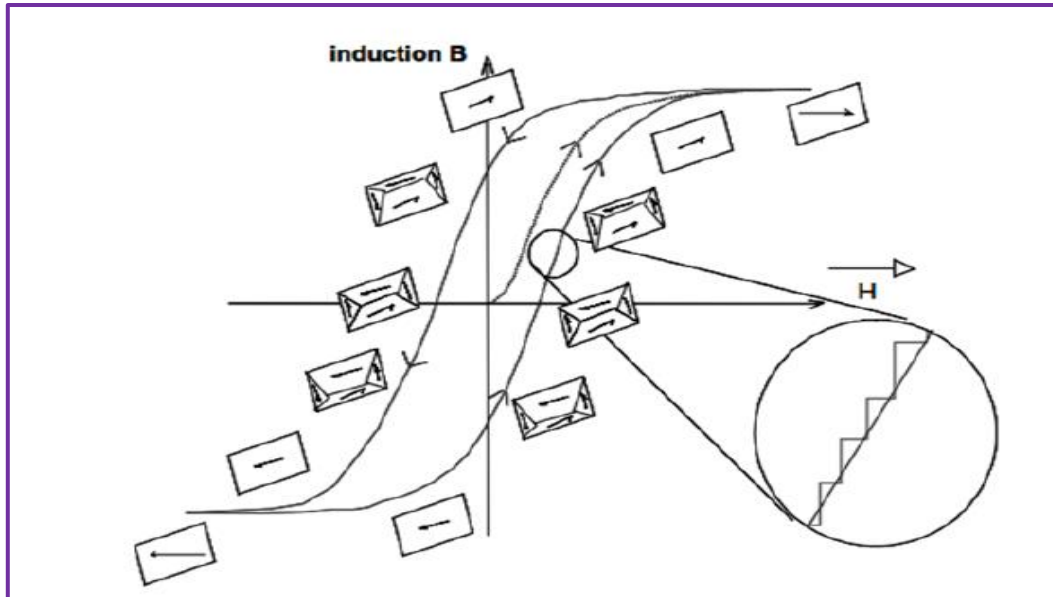


Figure I-12 - Cycle d'hystérésis et évolution de la microstructure magnétique

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-13.

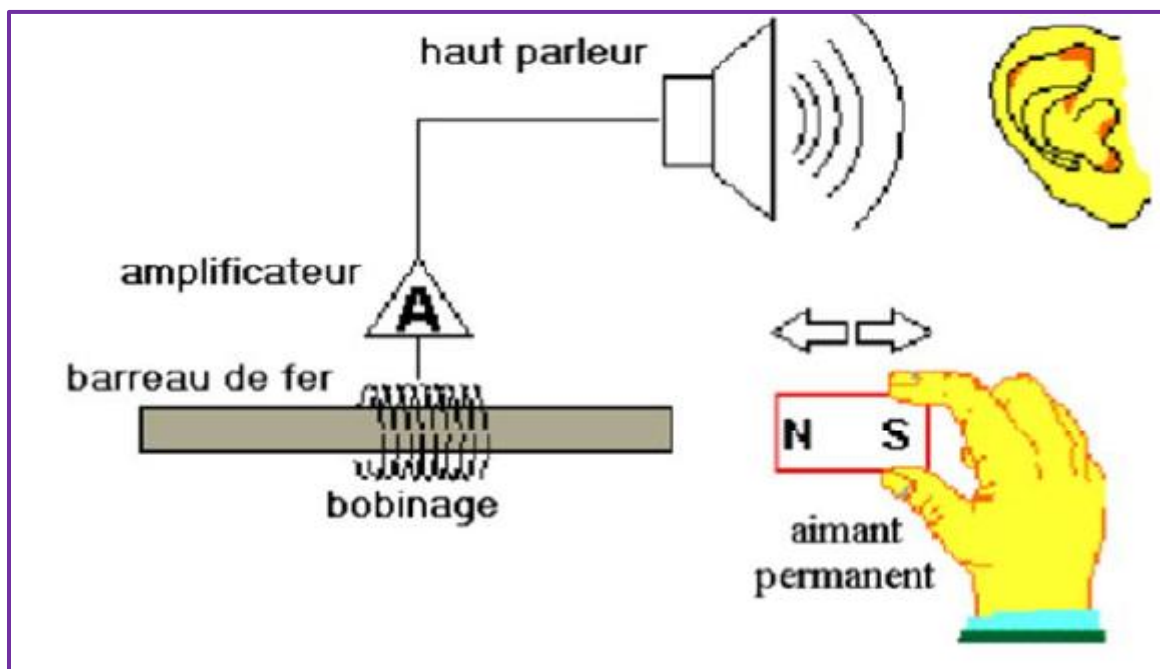


Figure I-13 - Montage de G.H. Barkhausen

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-14**) .

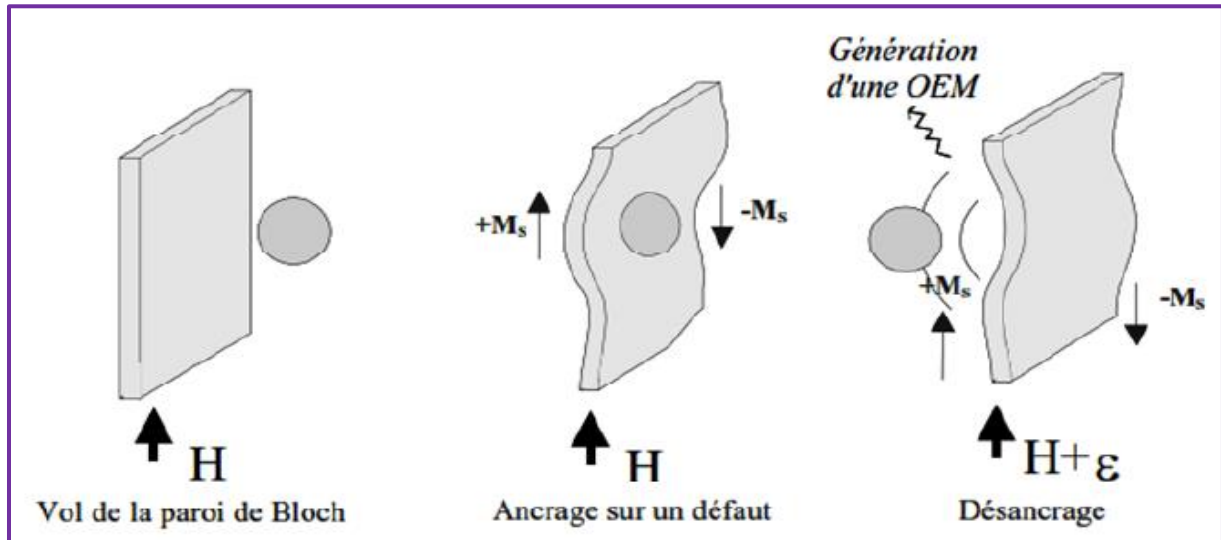


Figure I-14 - Mouvement de la paroi de Bloch

Le désancrage 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 premier chapitre, des généralités concernant le magnétisme ont été rappelées. Nous avons également présenté la classification des matériaux à partir de leur comportement magnétique, plus particulièrement les matériaux ferromagnétiques et leurs propriétés. Et nous avons défini le principe de la mesure de bruit Barkhausen, ainsi que les différentes perméabilités magnétiques. Nous avons fait un recensement bibliographique sur les influences microstructurale sur le bruit magnétique, donc la sensibilité de cette méthode à la microstructure du matériau ferromagnétique.

Chapitre II

Techniques de mesures

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 chaîne 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 H_{C0} , l'induction rémanente B_r , la perméabilité magnétique relative μ_r , initiale μ_i , maximale μ_{MAX} , et la perméabilité incrémentale μ_{Δ} , 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 événements 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-7 et II-8.

2 Technique de mesure par bruit barkhausen

La technique du bruit Barkhausen peut être utilisée comme technique de caractérisation non destructive sur des pièces massives : c'est une mesure locale. Différents dispositifs de mesure adoptés pour les mesures de bruit Barkhausen.

2.1 Dispositif de mesure

Différents dispositifs de mesure adoptés pour les mesures de bruit Barkhausen, le 3MA « Micromagnetic Multiparameter Microstructure and Stress Analysis » (figure II-7), ou le MikroMach « Mobil Micro Magnetic Analysis and Characterization » (figure II-8), sont des dispositifs de contrôle non destructif des matériaux ferromagnétiques, qui sont développés par la firme Fraunhofer IZFP à Saarbruecken en Allemagne [ALT 90] [ALT 02].

2.1.1 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.

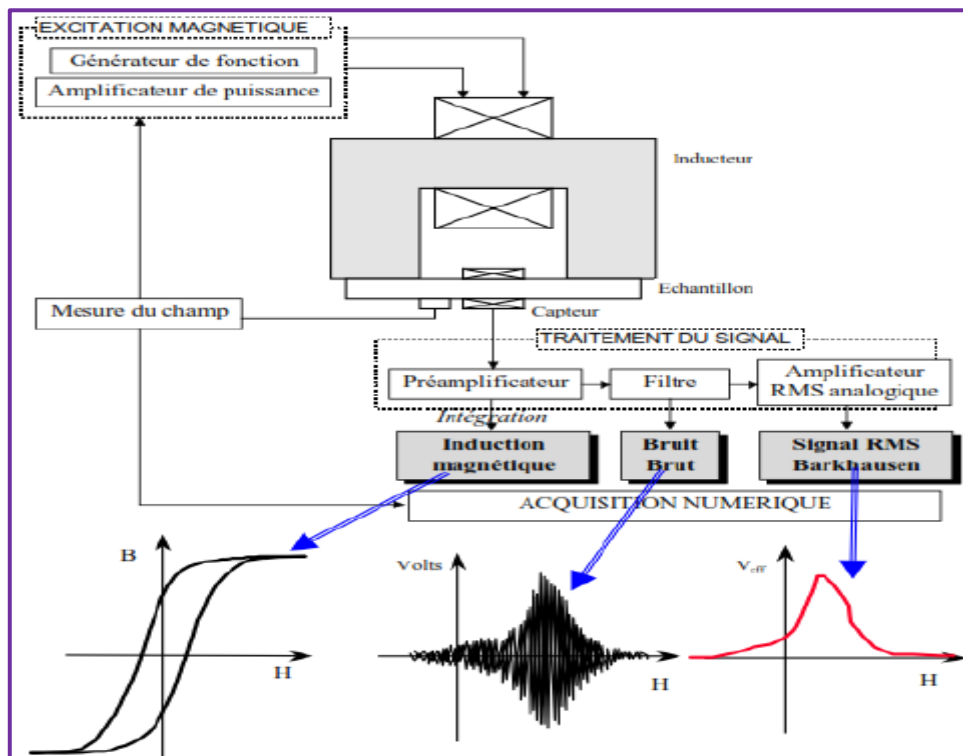


Figure II.1 :Schéma d'appareil complet Barkhausen [SOU 02]

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 [CHE 16].

2.1.2 Chaîne 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 événements de magnétisation élémentaires.

2.1.2.1 Excitation magnétique

L'excitation magnétique de la pièce à contrôler est assurée par un électroaimant, sa forme dépend de la géométrie de la pièce à contrôler, il peut être avec ou sans noyau magnétique.

- La bobine excitatrice est alimentée par un courant variable, un champ intense est nécessaire pour magnétiser la pièce, l'utilisation de noyau nous permet d'amplifier et de focaliser le champ magnétique.
- L'excitation magnétique conditionne fortement la qualité de la mesure de bruit BN [BEN 16].

2.1.2.2 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.

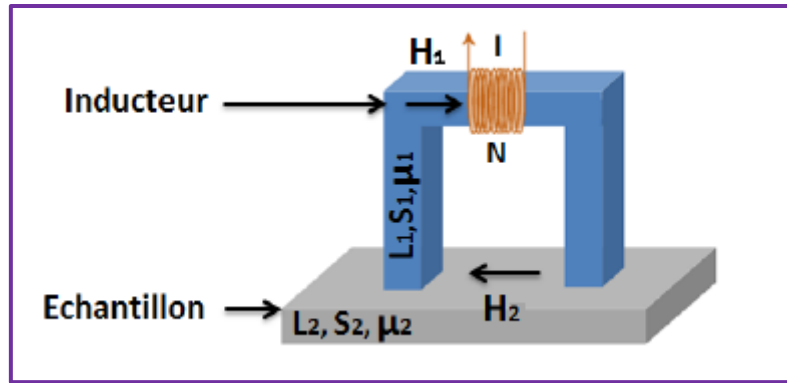


Figure II.2 : Circuit magnétique [AMA 07]

Par ailleurs, étant donné que les fréquences utilisées restent relativement faibles (0.1 à 0.5 Hz), nous pouvons nous placer dans le cadre de la magnétostatique en première approximation. Le théorème d'Ampère nous fournit alors la relation suivante [ABD 18] :

$$H_1 \cdot L_1 + H_2 \cdot L_2 = N \cdot I \quad \text{II.1}$$

H_1 : le champ dans l'inducteur. L_1 : la longueur de l'inducteur.

H_2 : le champ dans l'échantillon. L_2 : la longueur de l'échantillon.

I : le courant dans la bobine. N : le nombre de spires autour de l'inducteur.

En admettant qu'il n'y a pas de fuites, la loi de conservation du flux magnétique Φ dans le circuit s'écrit :

$$\Phi = B_1 \cdot S_1 = B_2 \cdot S_2 = \mu_1 H_1 S_1 = \mu_2 H_2 S_2 \quad \text{II.2}$$

B_1 et B_2 : l'induction dans l'inducteur et l'échantillon.

S_1 et S_2 : la section transversale de l'inducteur et l'échantillon.

μ_1 et μ_2 : la perméabilité différentielle de l'inducteur et l'échantillon

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

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

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 :

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

2.1.2.3 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, soit placée à la surface de l'échantillon [ABD 18].

2.1.2.3.1 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 :

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

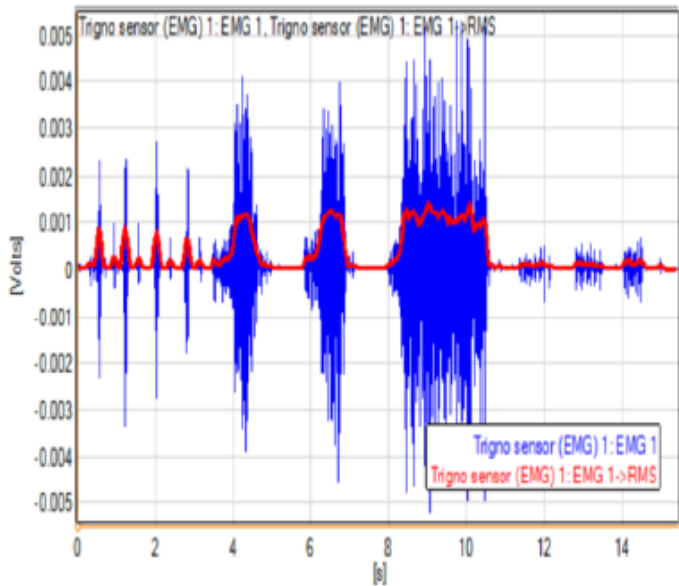
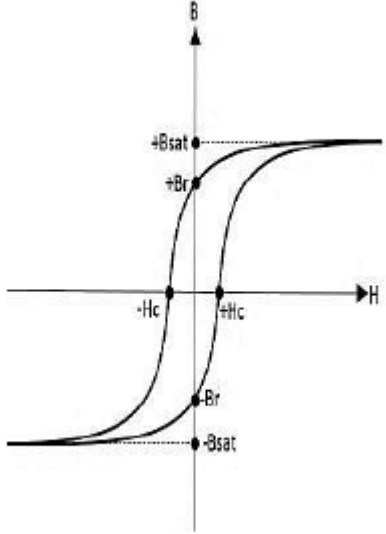
N correspond au nombre de spires de la bobine encerclant.

2.1.2.3.2 Traitements de la réponse magnétique et paramètres de caractérisation

Donc, on en déduit l'évolution de l'induction B(t) en fonction du temps, grâce aux relations suivantes :

$$B(t) = -\frac{1}{N \cdot S} \int e(t) \cdot dt \quad \text{II.6}$$

Les différents signaux obtenus par un système de bruit Barkhausen sont montré dans le tableau II.1.

Type de réponse	Signal Barkhausen	brut Signal RMS	Cycle d'hystérésis
Equation mathématique	$e(t) = -N \cdot \frac{d\Phi}{dt}$ II.7	$RMS(t) = \sqrt{\frac{1}{T} \int e(t)^2 \cdot dt}$ II.8	$B(t) = -\frac{1}{N \cdot S} \int e(t) \cdot dt$ II.6
Exemple de figure	<p>1Tableau II.1 - Différents signaux obtenu par un système de bruit Barkhausen [GAB 12]</p> 		
Paramètres de la réponse	RMS, FWHM, Peak voltage, Peak position, Aire du spectre du bruit et Nombre de pics mesurés.		Hc , Hs , Br et Bsat.

3 Réponse Barkhausen par le système MikroMach

Le Dispositif MikroMach (figure II.3) [BOL 15, SAA 11], 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.

Les techniques électromagnétiques considérées incluent la perméabilité incrémentielle, le bruit Barkhausen, l'analyse des harmoniques, et l'impédance à courant de Foucault. Ainsi la mesure par bruit Barkhausen fournie quatre méthodes d'analyse, Mais on n'a utilisé dans le cadre de ce travail seulement les signaux indiqués dans la figure II.4.

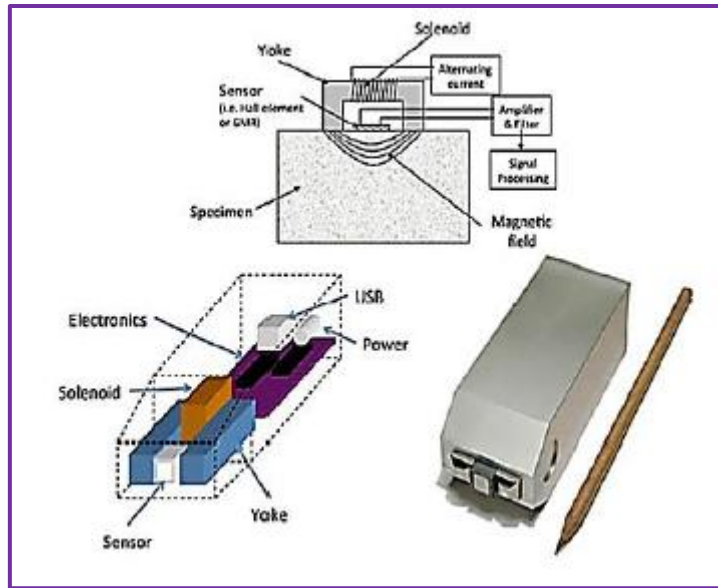


Figure II.3: Système MikroMach pour la caractérisation électromagnétique [BOL 15]

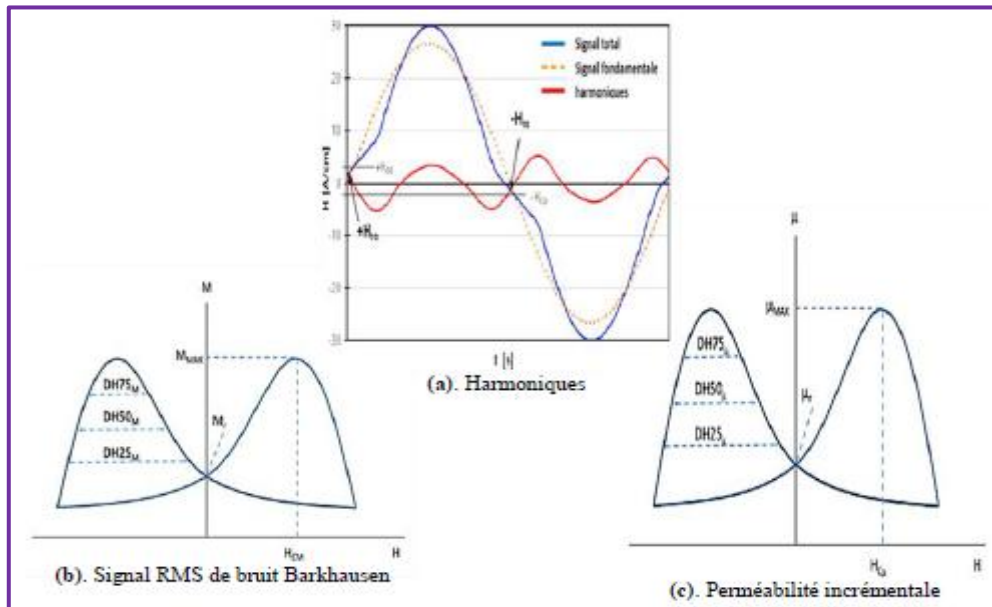


Figure II.4 : Différents signaux obtenus par le système MikroMach [SAA 11]

3.1 Perméabilité incrémentale

Les différents paramètres qui peuvent être obtenus d'après la mesure de la perméabilité incrémentale sont illustrés sur la figure II.4 (c) durant la magnétisation, montrée dans le tableau II.2.

Tableau II.2 - Paramètres obtenues d'après le cycle de la perméabilité incrémentale par le système MMS MikroMach [TSC 11]

Paramètres	Description
$\mu_{\Delta MAX}$	Perméabilité incrémentale maximale
$\mu_{\Delta min}$	Perméabilité incrémentale moyenne
$\mu_{\Delta r}$	Perméabilité incrémentale relative
$H_{C\mu}$	Champ coercitif correspond à la $\mu_{\Delta MAX}$
$DH25\mu, DH50\mu, DH70\mu$	Amplitudes de la perméabilité incrémentale pour les largeurs : 25%, 50%, 75%

4 Influence de la microstructure cristalline

Un matériau ferromagnétique se caractérise par deux types de microstructures (Figure II-5) :

- 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 intra granulaire.

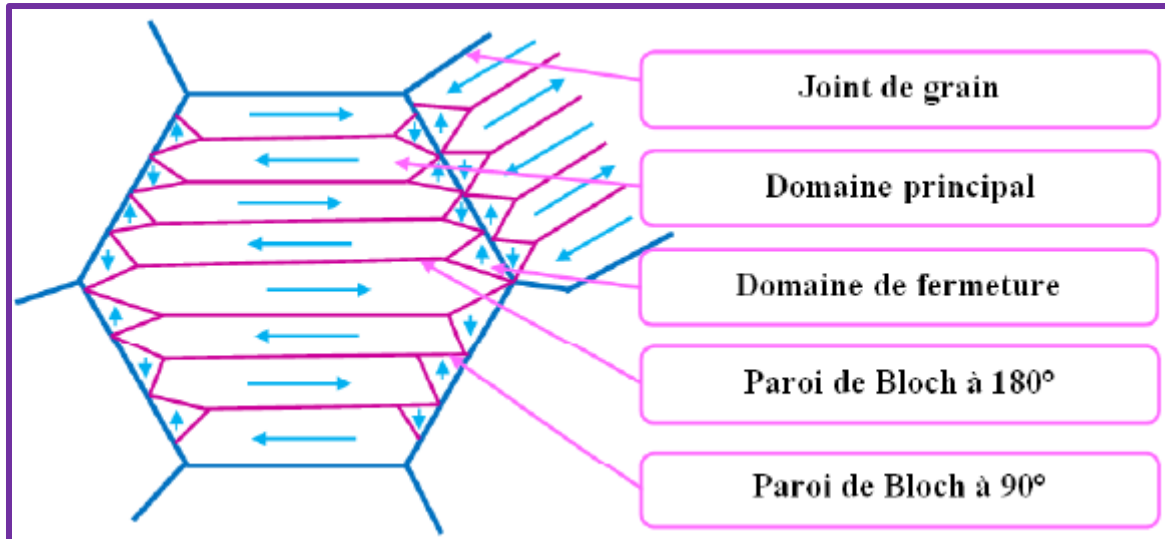


Figure II.5 :Microstructure magnétique-cristallin

Ces deux aspects sont fortement liés et la microstructure magnétique dépend largement 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-6).

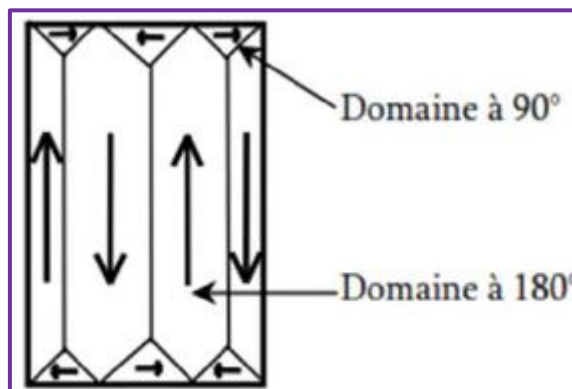


Figure II.6 : Représentation schématique d'une structure composée de domaines à 90° et à 180°

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} . 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 une grande distance.

Le bruit Barkhausen, résultant 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 classés 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. 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.

5 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.

- Evaluation 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.

6 Différents appareillages utilisés dans la technique par bruit Barkhausen

6.1 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 micro magnétiques basés sur le bruit magnétique Barkhausen (MBN) [BAR 19], seul 3MA utilise trois autres méthodes micro magnétiques et électromagnétiques en plus de l'analyse MBN afin d'obtenir plus d'informations sur la matière.

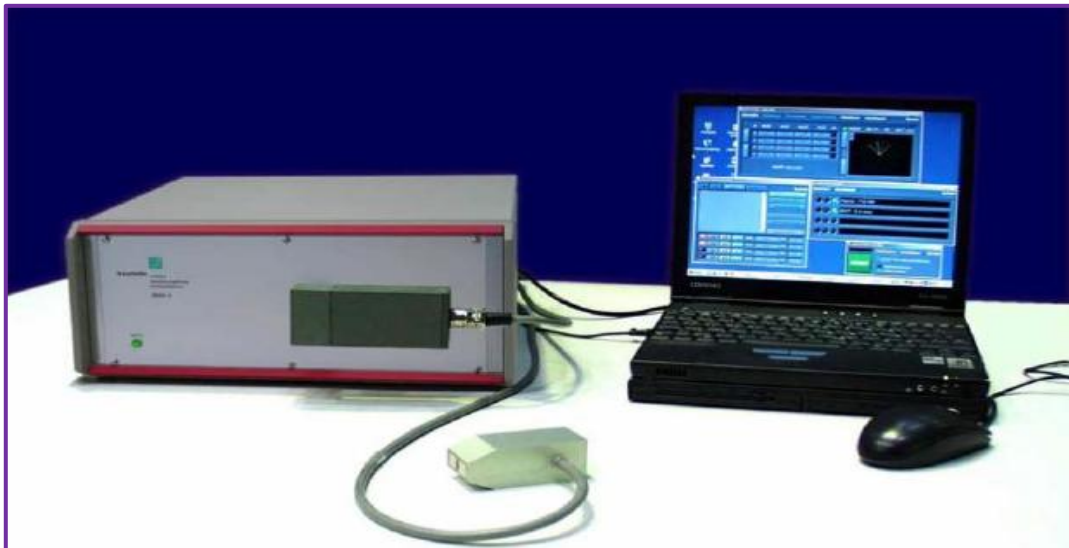


Figure II.7 :Equipement et logiciel 3MA basé sur TCP-IP piloté par un PC

6.2 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.

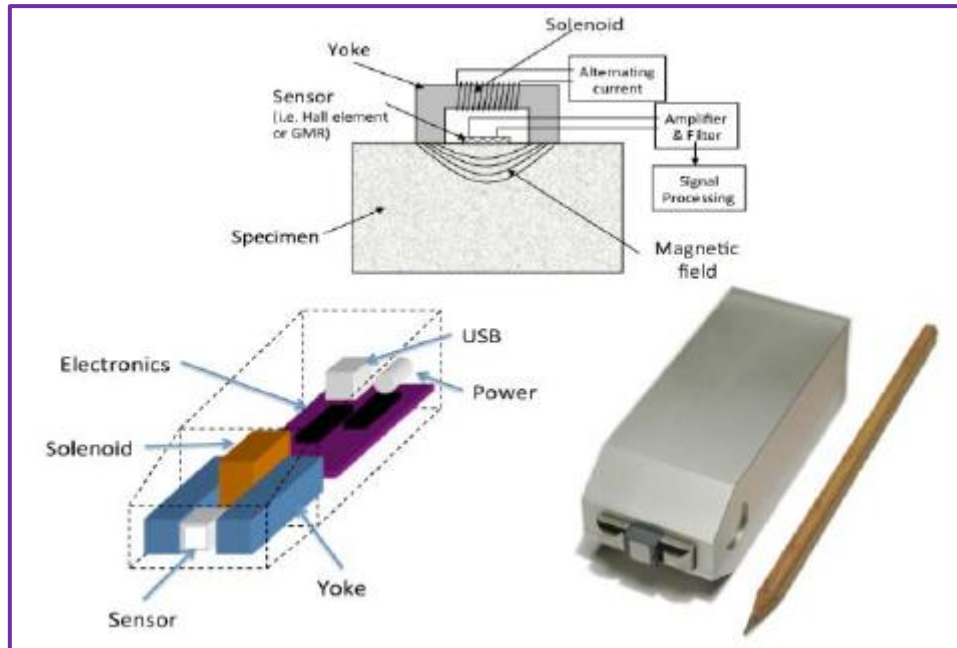


Figure II.8 : Système MikroMach pour la caractérisation électromagnétique [BOL 15]

Les techniques électromagnétiques considérées incluent la perméabilité incrémentielle, le bruit Barkhausen, l'analyse des harmoniques supérieures, l'impédance à courant de Foucault multi fréquences. Ainsi l'approche par bruit Barkhausen comprend les quatre méthodes d'analyse suivantes (figure II-9) :

- **Harmoniques du champ magnétique tangentiel** : permet la détermination indirecte des propriétés de la courbe d'hystérésis magnétique, une valeur approximative de la coercivité, H_{C0}

- **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.

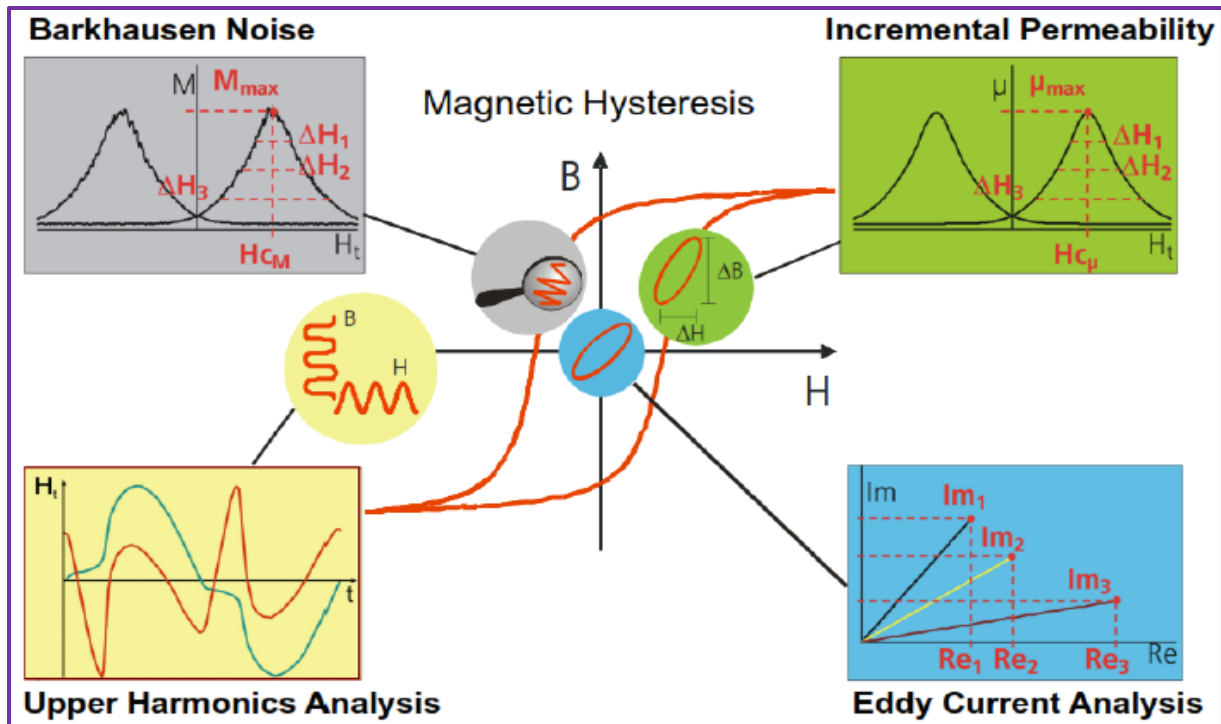


Figure II.9 : Différents signaux obtenus par Le MikroMach et le 3MA

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.

7 Conclusion

Nous nous sommes intéressés à la chaîne 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

Résultats et interprétations

1 Introduction

La mesure du bruit Barkhausen peut être utilisée comme technique de caractérisation non destructive sur des pièces massives. Le but de ce travail est d'évaluer les potentialités et les champs de la mesure du bruit Barkhausen pour la caractérisation microstructurale de diverses microstructures multi-phases et en particulier celles des aciers dual phase.

2 Dispositif de mesure

Le dispositif est disponible au laboratoire de Physique des Matériaux de l'université de Laghouat, adopté pour nos mesures par bruit Barkhausen, est présenté sur la figure III.1.



Figure III-1 -Dispositif de mesure par bruit Barkhausen (Labo LPM Laghouat)

3 Procédures expérimentales

Nos mesures sont réalisées sur trois étapes :

Etape 1 : Application d'excitation magnétique qui permet de magnétiser l'échantillon et détecter la réponse sur l'échantillon via un capteur magnétique MikroMach, ce dernier doit être maintenu perpendiculairement à la surface de l'échantillon (figure III.2) pour celle-là on a adapté un support d'un angle droit en aluminium.

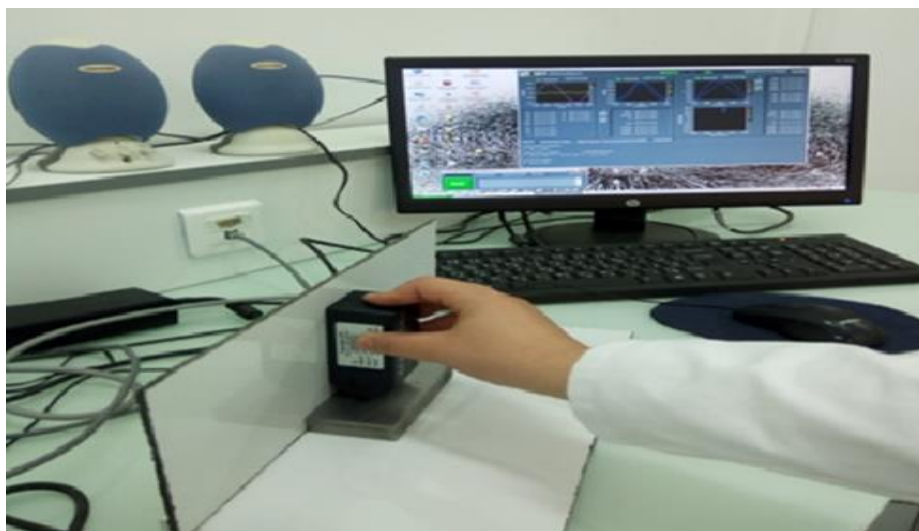


Figure III-2 -Mesure par MikroMach sur l'échantillon analysé

Étape 2 : Le système MMS «Micro Magnetic System» est un logiciel d'interface et de traitement entre le capteur et le micro-ordinateur développé par IZFP permet l'acquisition du signal RMS de la réponse du bruit Barkhausen du matériau évalué, que l'analyse Harmonique et la variation de la perméabilité incrémentale aux cours de l'excitation magnétique à saturation (figure III.3).

Les mesures par bruit Barkhausen sont effectuées dans des conditions optimisées et sont présentés dans le tableau III.1 et on fait varier la fréquence et l'amplitude de champ magnétisant pour étudier l'évolution du bruit magnétique par rapport à ces deux paramètres.

Tableau III.1 - Conditions optimisées pour la mesure [CHE 16]

Paramètres	Réglages
fréquence de magnétisation	40 Hz
amplitude de magnétisation	70 A/cm
Sensibilité de sonde à effet Hall	225 A/cm/A
Nombre de mesures effectuées	5
Surface de magnétisation	40 mm ²

Étape 3 : Différents signaux obtenus (figure III.3), sont numérisés et enregistrés comme des fichiers sous format texte, puis traités et exploités sous MATLEB pour chaque échantillon réalisé.

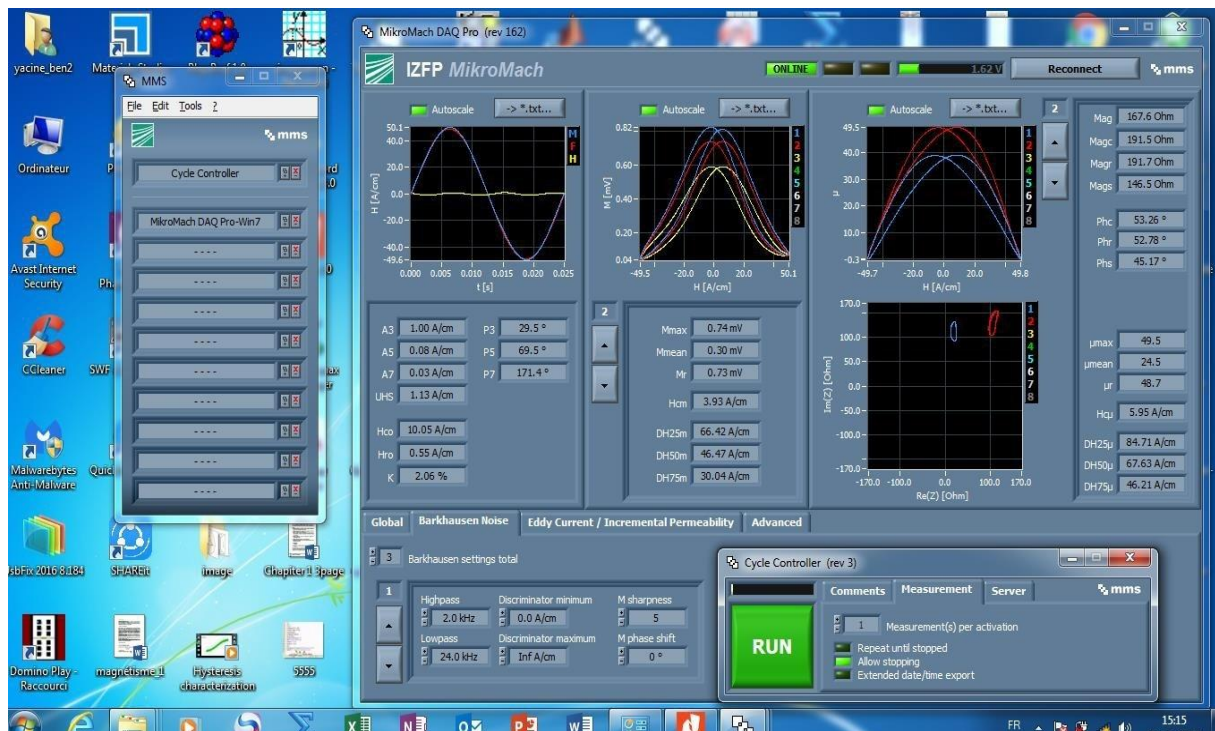


Figure III-3 -Signaux acquis par le MikroMach

4 Matériaux étudiés

L'acier étudié dans le cadre de ce travail est un acier à haute limite élastique de grade « API 5L X70 » utilisé pour le transport par canalisation du pétrole et du gaz. Les désignations de cet acier ont la signification suivante :

API : Américain petroleum institut

5L : Spécification pour le pipeline

X : Désignation de catégorie pour le pipeline de haute résistance.

Le chiffre après le « X » correspond à la valeur de la limite d'élasticité minimale. Par exemple, X70 a une limite d'élasticité minimale de 70 Ksi (485 MPa) [ZAZ 17].

Table III.2 Composition chimique en (% massique) de la gamme d'acier de grade API5L X70

Elements	C	Mn	P	S	V	Nb	Ti
API X70	0.12	1.4	0.03	0.03	0.048	0.045	0.02

L'acier X70 (état reçu) : Caractérisation microstructurale

L'étude des microstructures est une étape importante pour la bonne compréhension des propriétés d'un matériau telles que mécaniques, magnétiques, etc... Les comportements mécaniques et magnétiques d'un matériau dépendent de différentes caractéristiques microstructurales, comme la taille de grains, la nature et la proportion des phases durcissantes, la densité de précipités ou de la présence de dislocations.

A l'état initial (état brut), la nuance de grade X70 présente une structure composée de deux phases ferrito-perlitiques comme le montre la figure III.4.

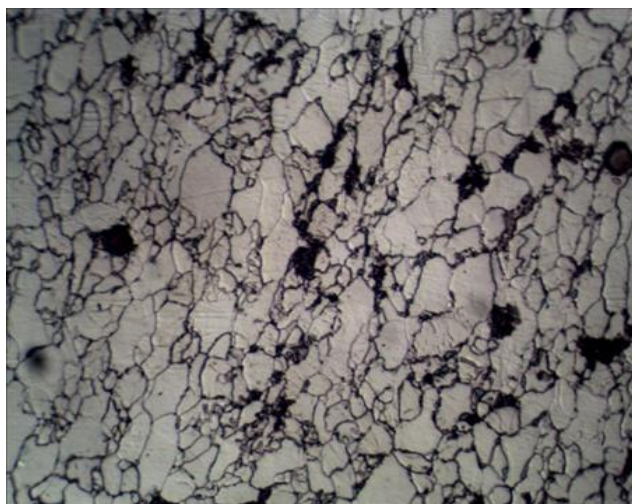


Figure III-4 - Micrographie optique de l'acier X70 à l'état initial

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 :

Influence de la température sur la perméabilité incrémentale:

La figure III.5 présente les cycles de la perméabilité incrémentale à différentes température pour ($A= 50 \text{ A/cm}$ et $f= 40\text{Hz}$).

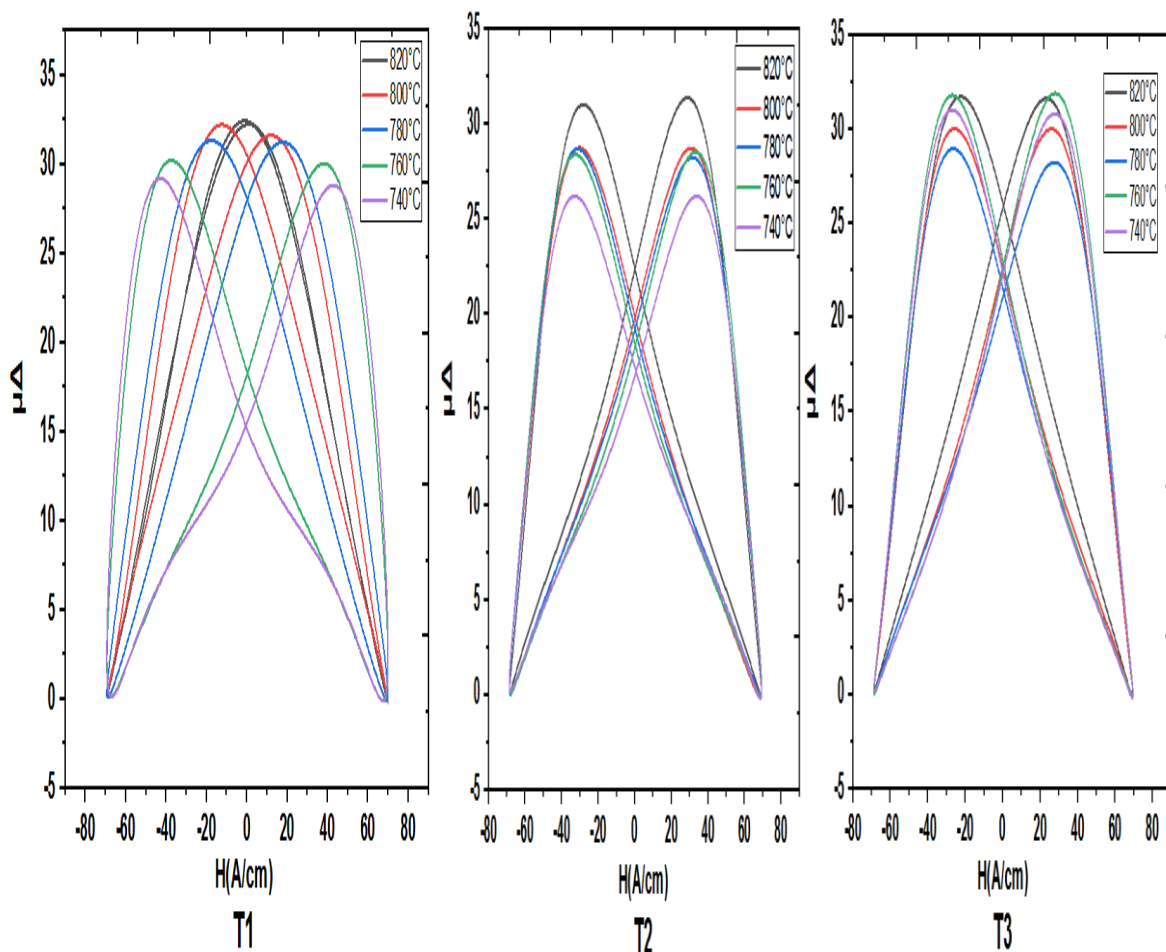


Figure III.5- Perméabilité incrémentale μ_{Δ} de l'acier X 70 traités à différentes températures

Nous remarquons que la valeur maximale de la perméabilité incrémentale $\mu_{\Delta\max}$ augmente avec la température. A partir de ces cycles, nous confirmons aussi le déplacement vers les valeurs inférieures du champ coercitif. Quelques valeurs sont montrées dans les tableaux (III.3 ,III.4, III.5).

Tableaux (III.3 , III.4, III.5) : Valeurs obtenue par les cycles de la perméabilité incrémentale pour des échantillons traités

Tableau III.3

Echant	T	Hv	μmax	Hc(A/cm)
S9	740 °C	151	32.4	1.03
S10	760 °C	162	31.9	13.75
S11	780 °C	190	31.3	17.95
S12	800 °C	232	30.1	38.01
S13	820 °C	248	42.29	42.87

Tableau III.4

Echant	T	Hv	μmax	Hc(A/cm)
S14	740 °C	179	31.2	28.59
S15	760 °C	220	28.8	30.71
S16	780 °C	240	28.5	31.76
S17	800 °C	266	28.5	33.12
S18	820 °C	267	26.2	33.74

Tableau III.5

Echant	T	Hv	μmax	Hc(A/cm)
S19	740 °C	159	31.7	22.93
S20	760 °C	182	30.1	26.10
S21	780 °C	213	28.7	27.21
S22	800 °C	235	31.9	27.64
S23	820 °C	250	31	27.73

6 Evolution du champ coercitif en fonction de la dureté mécanique HV

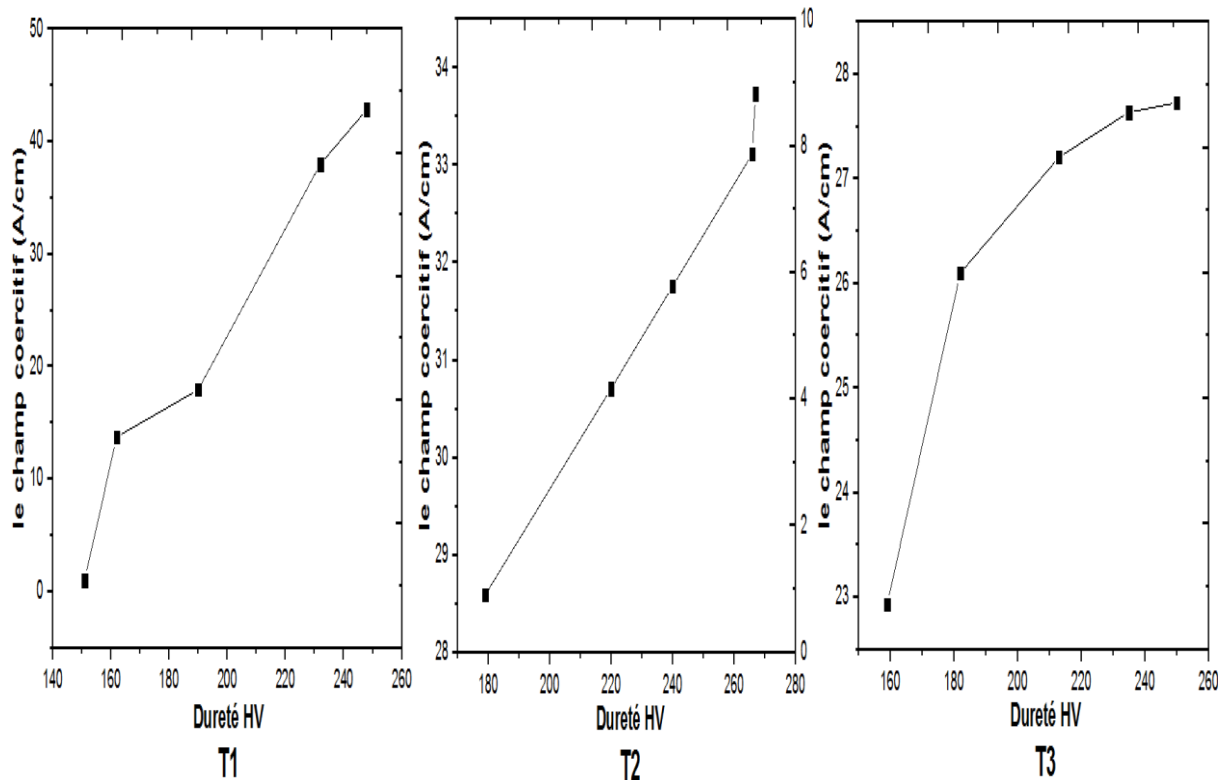


Figure III.6 - Evolution du champ coercitif HC en fonction de la dureté HV

Nous remarquons que le champ coercitif HC croit avec l'augmentation de la dureté HV. De là on peut déduire l'existence d'une relation inversement proportionnelle entre la dureté mécanique HV et la dureté magnétique HC pour notre acier X70

7 Evolution de la perméabilité incrémentale maximale en fonction de la dureté HV

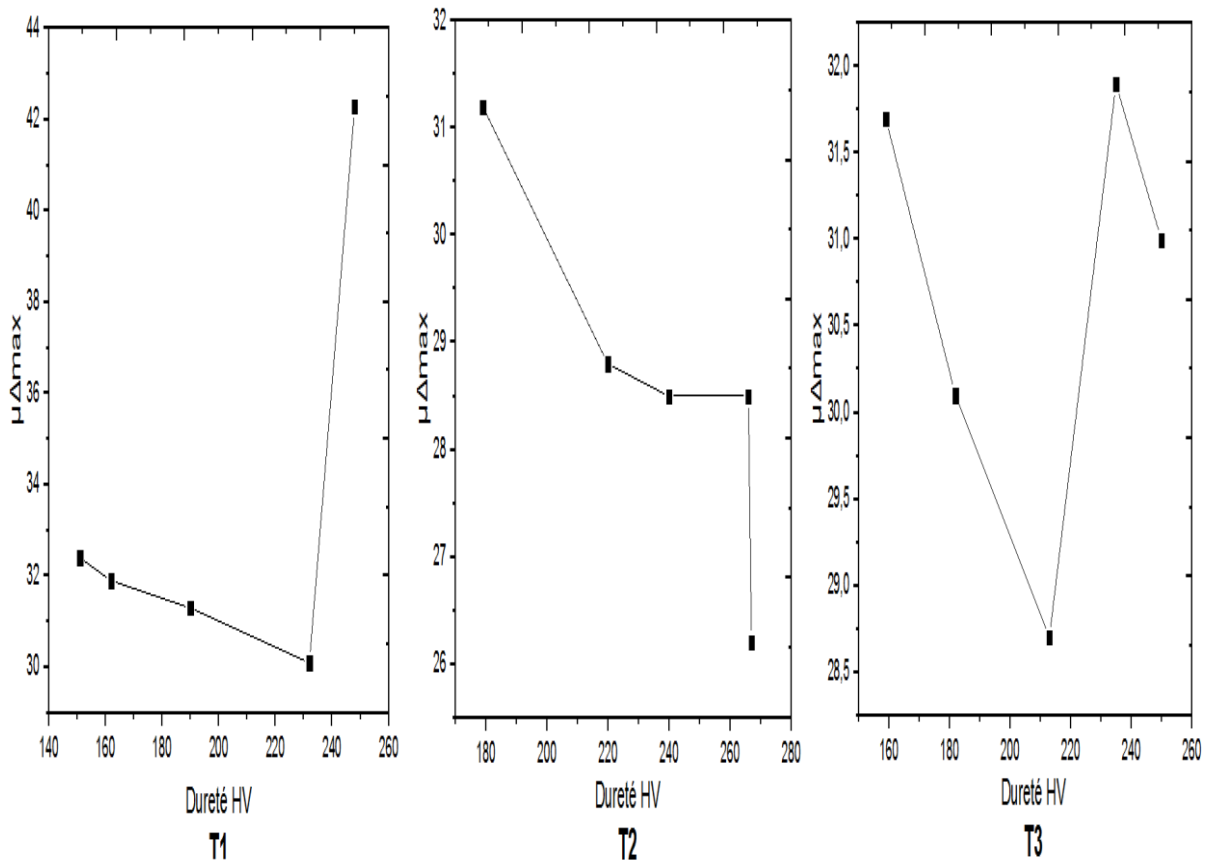


Figure III.7- Evolution de la perméabilité incrémentale maximale $\mu_{\Delta MAX}$ en fonction de la dureté HV

La perméabilité incrémentale maximale $\mu_{\Delta max}$ décroît avec l'augmentation de la dureté HV à des erreurs expérimentales près. On peut expliquer ce résultat par le fait que les mouvements des parois de bloch sont libres, ce qui implique une perméabilité incrémentale descendante.

On peut donc prédire qu'il existe une corrélation entre la perméabilité incrémentale maximale $\mu_{\Delta max}$ et la dureté HV ($1/d$)(figure III.7).

8 Conclusion

Ainsi, nous tirons les conclusions suivantes :

- Suivant les types de traitement thermique, la variation de la microstructure joue un rôle important dans la détermination des propriétés magnétiques et mécaniques du métal.
- L'existence d'une corrélation entre la perméabilité incrémentale et la dureté mécanique Hv.
- Une augmentation de la dureté provoque une augmentation d'amplitude maximale de la réponse Barkhausen.
- La forme et la répartition de la phase dominante jouent un rôle important dans les propriétés magnétiques de l'acier.
- L'existence d'une corrélation entre la dureté magnétique HC et la dureté mécanique Hv.

Conclusion générale

Conclusion générale

Ce travail relève du domaine du contrôle non destructif (CND) par bruit Barkhausen dans son aspect expérimental et s'appuie essentiellement sur l'étude des propriétés magnétiques associées aux propriétés mécaniques d'un acier micro-allié au manganèse de norme API 5L de grade X70 utilisé pour le transport par canalisation du pétrole et du gaz.

A travers cette étude :

- La mise en place d'une méthodologie d'évaluation non destructive pour la classe d'acier étudiée afin de prédire les propriétés mécaniques telle que la dureté, à partir des propriétés magnétiques tirées des mesures par bruit Barkhausen et plus particulièrement la perméabilité incrémentale.
- Utilisation et exploitation d'échantillons traités thermiquement et disponible au laboratoire pour la mesure de la perméabilité incrémentale à partir du MichroMach.
- Constitution d'une base de données regroupant les données magnétiques, mécaniques.

Ainsi, nous tirons les conclusions suivantes :

- Suivant les types de traitement thermique, la variation de la microstructure joue un rôle important dans la détermination des propriétés magnétiques et mécaniques du métal.
- La présence du Niobium et du vanadium sous forme de carbure dans l'acier a comme conséquence une augmentation de la dureté mécanique pour les températures d'austénitisation élevées.
- L'existence d'une corrélation entre la perméabilité incrémentale et la dureté mécanique Hv.
- Une augmentation de la dureté mécanique provoque une augmentation d'amplitude maximale de la réponse Barkhausen.
- La forme et la répartition de la phase dominante jouent un rôle important dans les propriétés magnétiques de l'acier.
- L'existence d'une corrélation entre la dureté magnétique HC et la dureté mécanique Hv.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [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.
- [ALT 90] I Altpeter, Spannungsmessung und Zementitgehaltsbestimmung in Eisenwerkstoff enmittelsdynamischemagnetischer und magneto elastischer Messgrößen.PhD thesis. SaarlandUniversity, Saarbruecken. 1990.
- [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.
- [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 hysteresigraph.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. ZweimitHilfe der neuen Verstrkerentdeckte Erscheinungen.Phys. Z. vol. 20. pp. 401-412.1919.
- [BOL 15] Christian Boller, Chen-Ming Kuo, Georg Seiler, PrzemyslawKolakowski, Chung-HsinKuo, Peter Starke, Jan Holnicki-Szulc. INTEGRATED LIFE CYCLE MANAGEMENT OF AGEING STEEL INFRASTRUCTURE BASED ON SMART TECHNOLOGIES. 7thECCOMAS Thematic Conference on Smart Structures and Materials.SMART. 2015.

- [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.
- [CIU 01]** F. CIUPRINA. Notes de cours : Science des matériaux de l'électrotechnique. University Politehnica of Bucharest.Bucarest. 2001
- [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 16]** Chettih Sarah, Mesure des propriétés magnétique des matériaux ferromagnétiques par bruit Barkhausen, Application aux aciers micro-alliés des pipelines, UAT-Laghout, 2016.
- [COE 11]** J.M.D. Coey. Magnetism and magnetic materials. Cambridge: Cambridge University press. 2011.
- [CYR 00]** Michel Cyrot, MAGNETISME : I – FONDEMENTS, Centre technique Grenoble Sciences, EDP Sciences, France, 2000.
- [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.
- [ELY 17]** Mohamad El Youssef, thèse de docteur. impact du procédé de fabrication des stators sklinky sur les propriétés des matériaux. ENSAM, Paris Tech, 2017.
- [GUP 19]** Gupta, Bhaawan, et al. "Magnetic incremental permeability non-destructive evaluation of 12 Cr-Mo-WV Steel creep test samples with varied ageing levels and thermal treatments." *NDT & E International* 104 (2019): 42-50.

- [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.
- [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.
- [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. Mater. vol. 352. pp. 81-90. 2014.
- [LEF 05] R. Lebourgeois. Ferrites doux pour l'électronique de puissance. Techniques de l'ingénieur. Référence D2160. 2005.
- [MAZ 06] Mohammad Mazinani, Deformation and Fracture Behaviour of a low carbon Dual-Phase steel, these de doctorat, université de Columbia. 2006.
- [MAZ 13] F. Mazaleyrat. Matériaux magnétiques : Des principes aux applications. Cours de l'Ecole Normale Supérieure de Cachan. 2013.
- [OUL10] **OuldOuali Samy Hassani**, Intégration De L'hystérésis Magnétique Dans Un Calcul Eléments Finis En Vue De L'estimation Des Pertes Dans Les Toles Des Machines Electriques, Thèse De Doctorat, Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou, 2010.
- [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.
- [SAA 11] Saarbrücken, Sensor- und geräteun abhängige Kalibrierung elektromagnetischer zerstörungsfreier Prüfverfahren zur praxisorientierten Werkstoffcharakterisierung, Universität des Saarlandes, 2011.

- [SOU 02]** MalloumSoultan. Approche du bruit magnéto-mécanique, application au suivi de la fatigue en flexion rotative. Mécanique [physics.med-ph]. INSA de Lyon. 2002.
- [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-TechnischenFakultät III Chemie, Pharmazie, Bio- undWerkstoffwissenschaften der Universität des Saarlandes. Saarbrücken. 2011.
- [ZAZ 17]** ZazaAbdelfatah. Effet du taux déformation sur la résistance de corrosion d'un acier HSLA X70. UAT-Laghout, 2017.