

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

المدرسة العليا للأساتذة بالأغواط
Ecole Normale Supérieure de Laghouat



Département : Physique

MEMOIRE DE MAGISTER

Option : Interaction Champ-Matière

Présenté par

M^{lle}. ABDELLAOUI Maria

THEME

Caractérisation microstructurale par bruit Barkhausen d'un acier X70

Soutenu publiquement devant le jury composé de :

M. LEFKAIER Ibn Khaldoun	Pr	Université de Laghouat	Président
M. HAMIMID Mourad	Pr	Université Bordj Bou Arréridj	Examineur
M. ZIDELMEL Sami	MCA	Université de Laghouat	Examineur
M. HELIFA Bachir	MCA	Université de Laghouat	Encadreur

Année universitaire 2018/2019

Dédicaces

A mes chers parents

A ma famille

A mes amis-es

Remerciements

Ce travail a été réalisé au laboratoire de physique des matériaux **LPM** de l'université de Laghouat, en collaboration avec le laboratoire de génie des procédés **LGP** de Laghouat.

Tout d'abord, mes remerciements vont au professeur **YOUSFI Mohammed** ex directeur de l'ENS de Laghouat qui a été l'initiateur de ce projet de magister en physique.

Je remercie spécialement le professeur **LEFKAIER Iben Khaldoun**, directeur du laboratoire **LPM** et qui m'a autorisé à effectuer ce travail au sein de son laboratoire.

Je remercie également le professeur **ALLAOUI Omar**, directeur du laboratoire **LGP** et qui m'a autorisé à effectuer une partie de ce travail au sein de son laboratoire.

Je remercie infiniment le Dr **HELIFA Bachir** pour la créativité et l'implication qu'il a montré pour ce travail ainsi que sa disponibilité.

Je remercie aussi le Dr **ZIDELMAL Sami** pour la confiance qu'il m'a accordé pour m'avoir permis de bénéficier de son expérience en matière de métallurgie.

Mes remerciements vont également aux membres du jury, le professeur **HAMIMID Mourad** de l'université de Bordj Bou Arreridj et le Dr. **ZIDELMAL Sami** de Université de Laghouat, pour avoir accepté d'examiner le présent manuscrit et d'en être les rapporteurs ainsi que pour leurs encouragements.

Mes remerciements vont à tous les membres du **LPM**, qui ont toujours ménagé une partie de leur temps pour discuter avec moi, j'ai eu l'honneur et la chance de travailler dans la convivialité et l'esprit d'équipe.

Je remercie en particulier, tous les étudiants doctorants du laboratoire LGP (Elhadi BENHORMA, Ahmed DAASS, Hocine TASSI) pour leur aide et leur disponibilité et sympathie ainsi que l'ingénieur de l'atelier de mécanique Mr. CHATTI Ali.

Je ne peux terminer ce préambule sans remercier ma famille pour sa présence continuelle et sons soutien inconditionnel et leurs compréhension et je remercie surtout ma mère pour le soutien moral au long de ce travail.

Rien ne se fait sans l'esprit d'équipe, pour un seul doigt on ne peut pas prendre une pierre mais avec une main on peut déplacer la montagne.

Enfin, tout cela est grâce à Dieu.

Liste des notations

L	[<i>m</i>]	Longueur
D	[<i>m</i>]	Diamètre de graine
S₂	[<i>m</i> ²]	Section
V₃	[<i>m</i> ³]	Volume
N	s.u	Nombre de spires
T	[°C]	Température
C₁	[°C ⁻¹]	Constante de curie
K₁	[<i>J.K</i>]	Constante de Boltzmann
I	[<i>A</i>]	Courant électrique
U	[<i>mV</i>]	Différence de potentiel
R	[Ω]	Résistance électrique
σ₁	[<i>S.m</i> ⁻¹]	Conductivité électrique
ρ	[Ω <i>m</i>]	Résistivité électrique
J	[<i>A.m</i> ⁻¹]	Densité de courant
E₁	[<i>V.m</i> ⁻¹]	Champ électrique
D₂	[<i>C.m</i> ⁻¹]	Induction électrique
H₁	[<i>A.m</i> ⁻¹]	Champs d'excitation magnétique
B	[<i>T</i>]	Induction magnétique
B_r	[<i>T</i>]	Induction rémanente
B_s	[<i>T</i>]	Induction à saturation
m₂	[<i>A.m</i> ²]	Moment magnétique
M	[<i>A.m</i> ⁻¹]	Aimantation magnétique
M_s	[<i>A.m</i> ⁻¹]	Aimantation à saturation
M_r	[<i>A.m</i> ⁻¹]	Aimantation rémanente
H_C	[<i>A.m</i> ⁻¹]	Champ coercitif
μ₀	[<i>H.m</i> ⁻¹]	Perméabilité magnétique du vide
μ_r	s.u	Perméabilité relative
μ_d	s.u	Perméabilité relative différentielle
μ_Δ	s.u	Perméabilité relative incrémentale
χ	s.u	Susceptibilité magnétique
RMS	[<i>mV</i>]	Signal Barkhausen
e(t)	[<i>mV</i>]	Bruit brut
Φ	[<i>Wb</i>]	Flux magnétique
δ	[<i>m</i>]	Epaisseur de peau
f	[<i>Hz</i>]	Fréquence
π	s.u	Constants
H	[<i>A.m</i> ⁻¹]	Champ d'excitation magnétique
H_s	[<i>A.m</i> ⁻¹]	Champ magnétique à saturation
J	[<i>T</i>]	Polarisation magnétique
B_{anh}	[<i>T</i>]	Induction anhystérétique
H_{meas}	[<i>A.m</i> ⁻¹]	Signale totale
H_{fund}	[<i>A.m</i> ⁻¹]	Signale fondamentale
H_{harm}	[<i>A.m</i> ⁻¹]	Harmoniques

Liste des abréviations

TTT	Diagramme de Transformation Température Temps de l'austénite en conditions isothermes
AC₁	Température de début de transformation
AC₃	Température de fin de transformation
M_s	Martensite Start temperature
M_f	Martensite Finish temperature
TRC	Diagramme de Transformation en Refroidissement Continu
Fe-C	Diagramme Fer-Carbone
HLE	Acier à Haute Limite d'Elasticité
HSLA	High Strength Low Alloy Steeles
DP	Aciers Dual Phase
Austé	Traitement Thermique d'Austénitisation
DQ	Traitement Thermique Direct Quenching
IQ	Traitement Thermique Intermediate Quenching
SQ	Traitement Thermique Step Quenching
F	Ferrite
P	Perlite
M	Martensite
B	Bainite
Cm	Cémentite
MEB	Microscope Electronique à Balayage
NITAL	Solution d'attaque chimique (alcool avec 4 % d'acide Nitrique)
H_v	Hardness of Vickers (Dureté de Vickers)
C	Structure cristalline Cubique Centrées
CFC	Structure cristalline Cubique à Faces Centrées
TMCP	Thermo Mecanical Controlled Process
UOE	Procédure de fabrication du pipeline
API	American Petroleum Institute
DML	Direction de Maintenance de Laghouat
LPM	Laboratoire de Physique des Matériaux
RMS	Root Mean Square
END	Evaluation Non Destructif
CND	Contrôle Non Destructif
CF	Courants de Foucault
BB	Bruit Barkhausen
MBN	Magnetic Barkhausen Noise
3MA	Micro Magnetic Microstructure and Stress Analyser
MikroMach	Mobil Micro Magnetic Analysis Characterization
MMS	Micro Magnetic System
RTL	Refroidissement Très Lent
RL	Refroidissement Lent
RR	Refroidissement Rapide
RTR	Refroidissement Très Rapide
TTS	Traitement Thermique de Surface

Introduction générale

Introduction générale

Le développement du réseau mondial des canalisations de transports des hydrocarbures doit suivre l'accroissement des besoins énergétique mondial [BOU 10]. Ces canalisations sont formée par un ensemble de tubes en acier sur une longue distance à travers (mer ou terre) [BEL 12] et sous des pressions très élevées [HAD 13] pour l'acheminement des hydrocarbures d'un endroit à un autre.

Ces tubes sont toujours exposés aux risques d'endommagement dû à des défaillances de diverses natures [MEB 12]. La majorité de ces défaillances sont liées à la qualité des aciers des tubes ou à la corrosion ou à la mauvaise qualité des joints de soudure [BOU 10].

La mauvaise qualité des joints de soudure par exemple provoque la rupture de ces tubes, en effet, la limite d'élasticité et la ténacité sont deux propriétés d'emploi fondamentales demandées aux aciers pour pipelines.

Les propriétés des matériaux sont déterminées principalement par les changements microstructuraux [MAH 06, SOU 02].

Quelle que soit leurs microstructures, les aciers pour pipelines appartiennent à la classe des aciers dits HLE (Acier à Haute Limite d'Elasticité) [GUED 08].

Ce type de nuances se compose d'une matrice ferritique au sein de laquelle sont dispersés des îlots de différents constituants tels que la martensite, la bainite ou l'austénite résiduelle [AMA 07].

Tant que les aciers ferritiques sont ferromagnétiques, l'analyse par bruit Barkhausen de ces aciers peut être utilisé comme technique d'évaluation non destructive [CHE 11, GAB 12]. La double sensibilité du phénomène aux contraintes, et à la microstructure [AMA 07, VIC 03], donne un large éventail d'applications potentielles à la technique. En effet, la technique par bruit Barkhausen a déjà été utilisée pour évaluer la qualité du traitement thermique, pour mesurer la profondeur du traitement de surface, ou pour détecter des brûlures de meulage. Cela explique pourquoi, au cours des 20 dernières années, l'effet des caractéristiques de microstructure cristalline [NG 03, GAT 98, 91] sur le bruit magnétique de Barkhausen a été largement étudié dans les aciers, et l'influence de la taille des grains, du carbure précipité, ferrite, perlite et martensite [SAQ 99].

Pour les aciers de pipeline, aucune description de l'influence de la microstructure sur le signal Barkhausen n'est disponible.

Ainsi, ce travail a-t-il été initié pour l'étude des propriétés magnétiques associées aux changements microstructuraux 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 afin d'arriver aux objectifs suivants :

1. Mettre en place une méthodologie d'évaluation non destructive pour cette classe d'acier afin de prédire leurs transformations microstructurale à partir de leurs propriétés magnétiques.
2. Réalisation d'échantillons d'étalonnage pour le dispositif par bruit Barkhausen.
3. Création d'une base de données regroupant les données magnétiques, mécaniques et microstructurales.
4. Rechercher une éventuelle corrélation entre les signaux bruit Barkhausen et la microstructure de l'acier X70 et par voie de conséquence chercher une relation entre les paramètres mécaniques et magnétiques.

Ce manuscrit est divisé en 04 chapitres.

Chapitre 1 : présente une recherche bibliographique sur le magnétisme dans les matériaux ferromagnétiques et la technique de mesure par bruit Barkhausen comme une technique de CND.

Chapitre 2 : présente les aciers à hauts grades pour pipeline.

Chapitre 3 : présente le mode expérimentale de notre étude.

Chapitre 4 : présente les résultats et les interprétations.

On terminera par une conclusion générale et des perspectives.

Chapitre 1

Magnétisme dans les matériaux ferromagnétiques et la technique de bruit Barkhausen

Introduction

Ce chapitre est dédié à l'analyse bibliographique sur les notions générales du magnétisme et des propriétés magnétiques des matériaux ferromagnétiques. Dans le deuxième volet de ce chapitre, nous présentons la technique de caractérisation microstructurale non destructive par bruit Barkhausen, ainsi sont présentés le principe physique, le dispositif de la technique, la chaîne de mesure et les différents signaux obtenus.

1. Origine microscopique du magnétisme

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

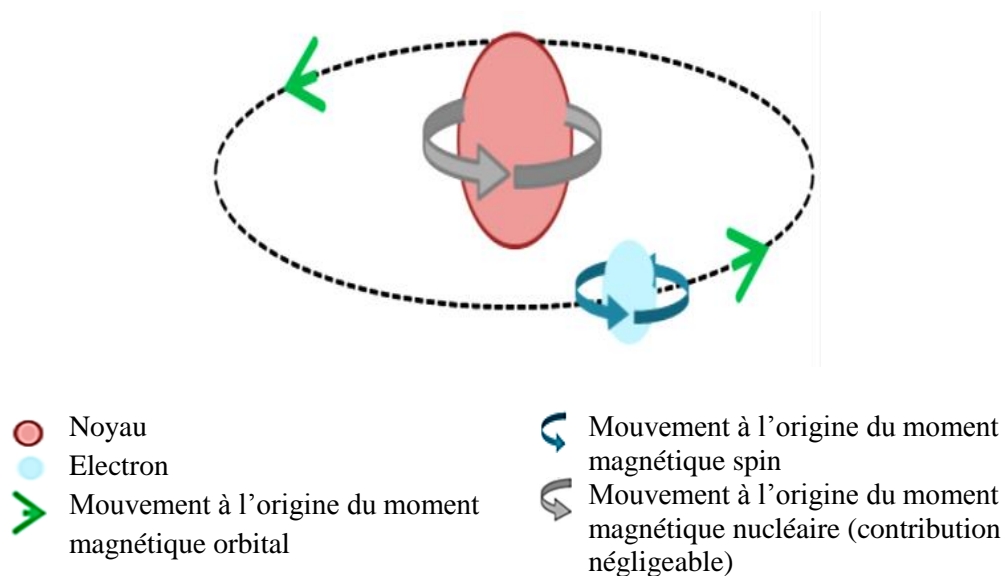


Figure 1.1 - Représentation schématique de l'origine du moment magnétique d'un atome (cas d'un électron) [ARB 16]

Sauf dans les solides où les atomes porteurs de moments sont proches et ordonnés sur un réseau cristallin, donc il y a des interactions entre elles. 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 [LEV 97].

1.1. 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 :

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

μ_r : la perméabilité relative du matériau

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

2. Classement des matériaux selon leur comportement magnétique

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

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

- les ferromagnétiques
- les antiferromagnétiques
- les ferrimagnétiques

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

- les paramagnétiques
- les diamagnétiques

3. Matériaux ferromagnétiques

Dans notre recherche nous nous sommes intéressés aux matériaux ferromagnétiques et leurs caractéristiques magnétiques. Dans un matériau ferromagnétique, les moments magnétiques d'un seul domaine appelé domaine de Weiss sont orientés parallèlement dans un même sens, même en absence d'un champ magnétique extérieur (figure 1.2). On parle alors d'aimantation spontanée. ($\chi \gg 1$) et ($\mu_r \gg 1$), où tous les moments magnétiques atomiques sont dirigés selon le champ magnétique extérieur appliqué. De tels matériaux sont généralement des matériaux à base de fer, de nickel, de cobalt et de certains éléments des terres rares (Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm).

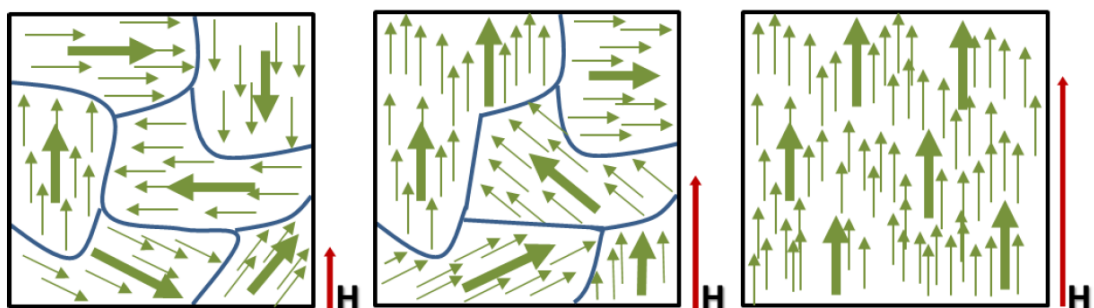


Figure 1.2 - Orientation des moments magnétiques dans le cas d'un matériau ferromagnétique [ELY 17]

Pour les matériaux ferromagnétiques, il existe une température de transition appelée température de Curie (T_c) définie par le schéma représenté en figure 1.3.

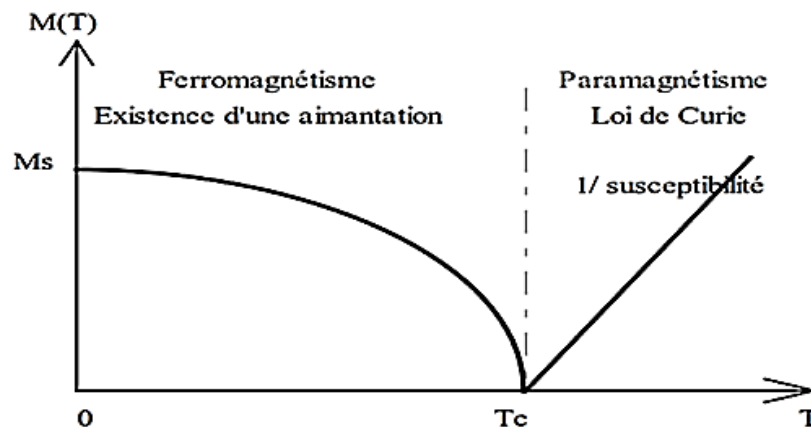


Figure 1.3 - Transition ferromagnétisme-paramagnétisme

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

$$\chi = \frac{C}{T - T_c} \quad (2)$$

C : constante de curie.

T_c : la température 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.

3.1. Microstructure ferromagnétique

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 (figure 1.4). 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 matériau est non aimanté. 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. Quand le champ appliqué est suffisamment fort les domaines orientés défavorablement disparaissent et tous les domaines s'orientent dans la direction du champ appliqué [LEF 05].

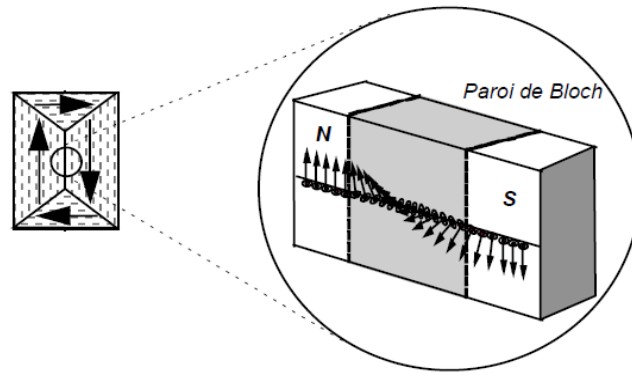


Figure 1.4 - Domaines de Weiss et parois de Bloch à 180° [SOU 02]

3.2. Aimantation d'un matériau ferromagnétique

3.2.1. Courbe de première aimantation

Lorsqu'un matériau ferromagnétique «vierge» est soumis à un champ magnétique H qui reste relativement faible, les modifications de la microstructure magnétique restent réversibles (Figure 1.5). Les domaines dont la direction d'aimantation est proche de celle du champ appliqué grandissent, au détriment des autres domaines. Les mouvements des parois de Bloch sont continus et de faible amplitude. Au fur et à mesure que les valeurs de champ appliqué augmentent, la croissance des domaines favorablement orientés s'accroît jusqu'à disparition des autres domaines [LEF 05].

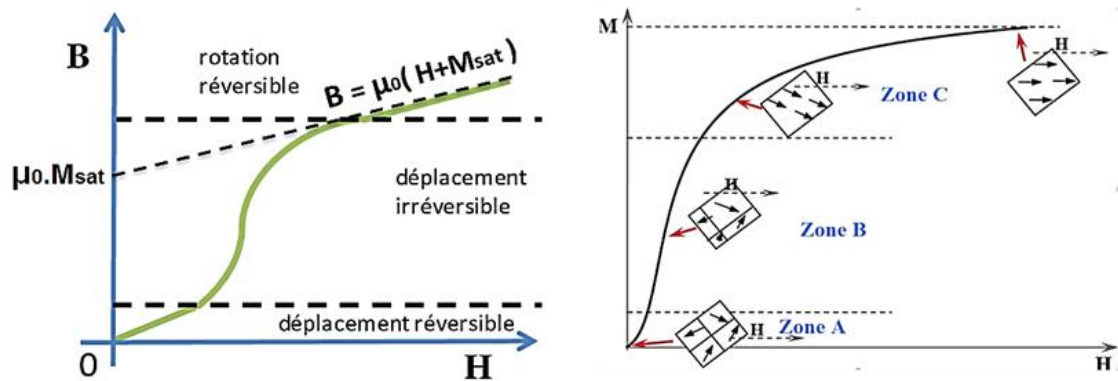


Figure 1.5 - Comportement magnétique microscopique d'un matériau ferromagnétique sous l'action d'un champ magnétique H

Les phénomènes en jeu revêtent alors un caractère irréversible et les mouvements des parois de Bloch se font par sauts discontinus. Le caractère irréversible du mouvement des parois de Bloch est à l'origine d'un phénomène d'hystérésis. Il en résulte la persistance d'une induction rémanente B_r à champ appliqué nul et d'un champ coercitif H_c qu'il est nécessaire d'appliquer pour revenir à une valeur d'induction nulle, représentés sur la figure 1.6.

3.2.2. Cycle d'hystérésis

Pour décrire le phénomène d'hystérésis, on suivra au même temps la description ci-dessous et la courbe de la figure 1.6.

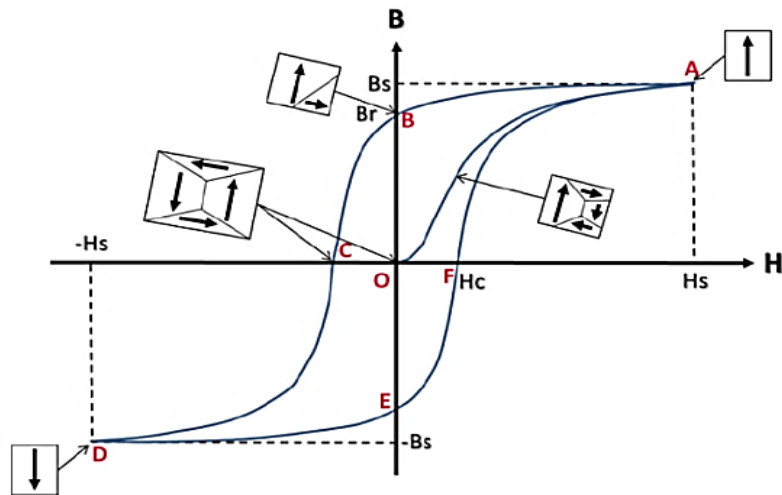


Figure 1.6 - Cycle d'hystérésis et principaux paramètres

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 1.7).

- Les ferromagnétiques doux $H_c \downarrow$ et $B_r \downarrow$
- Les ferromagnétiques durs $H_c \uparrow$ et $B_r \uparrow$

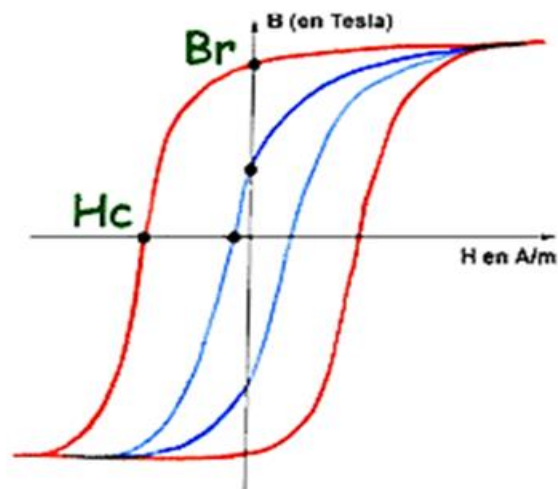


Figure 1.7 - Cycle d'hystérésis des ferromagnétiques doux et durs

3.2.3. Perméabilité magnétique

La perméabilité magnétique constitue un paramètre très 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 [CYR 00, LEV 97]. Il y a différentes perméabilités qui peuvent être définies : la perméabilité absolue, initiale, différentielle, superposée et réversible. En effet, les types de perméabilités exposées dans la littérature sont nombreuses (figure 1.8) sont présentées dans le tableau 1.1.

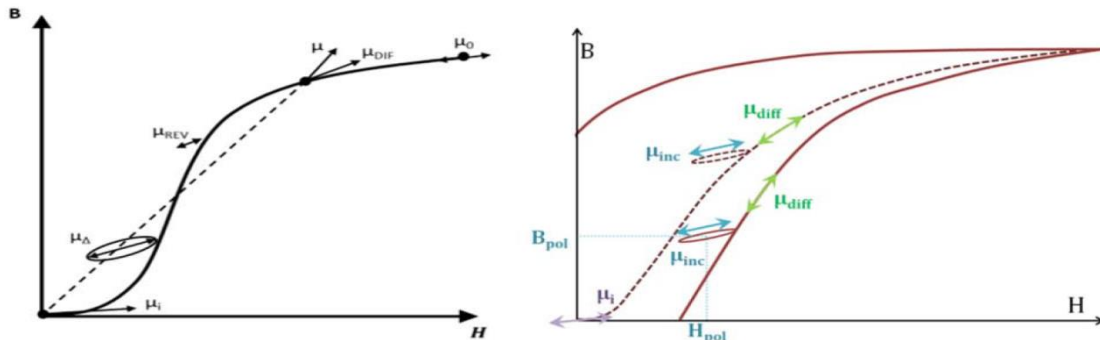


Figure 1.8 - Représentation de différentes perméabilités [ARB 16, SOU 02]

Tableau 1.1 - Différentes perméabilités magnétiques [HEC 74]

Type	Formule	Définition
Perméabilité absolue	$\mu = \frac{B}{H} = \mu_0 \mu_r$ (3)	En tout point sur la courbe B(H) En (H/m)
Perméabilité relative	$\mu_r = \chi + 1$ (4)	normalisée par rapport à la perméabilité du vide
Perméabilité initiale	$\mu_i = \lim_{H \rightarrow \infty} \frac{B}{H}$ (5)	correspond à la perméabilité magnétique lorsque le matériau est désaimanté et excité à basse fréquence et à très faible champ.
Perméabilité différentielle	$\mu_{dif} = \frac{dB}{dH}$ (6)	représente la pente de la tangente en un point B(H)
Perméabilité incrémentale	$\mu_{\Delta} = \frac{\Delta B}{\Delta H}$ (7)	obtenue par une variation de champ autour d'un point de l'aimantation
Perméabilité réversible	$\mu_{rev} = \lim_{\Delta H \rightarrow 0} \frac{\Delta B}{\Delta H}$ (8)	cas particulier de la perméabilité incrémentale, est obtenue par une très faible variation de champ.

4. Systèmes de caractérisation microstructurale des matériaux magnétiques

Nous nous intéressons à la caractérisation microstructurale des matériaux ferromagnétiques. Il y a différentes méthodes utilisées qui peuvent être classées en deux catégories [AMA 07, ARB 16]

4.1. Caractérisation directe

L'observation directe de la microstructure permet de quantifier la proportion respective de chacun des constituants.

- La microscopie optique
- La microscopie électronique à balayage (MEB)
- La microscopie électronique à transmission (MET)

4.2. Caractérisation indirecte

- Les essais mécaniques
- La diffraction des rayons X
- La diffraction des neutrons
- La mesure par bruit Barkhausen

Nous nous intéressons à la technique de caractérisation par bruit Barkhausen.

5. Mesure du bruit Barkhausen

5.1. Bruit Barkhausen et son événement élémentaire

Le bruit Barkhausen est un phénomène magnétique qui apparaît uniquement dans les matériaux ferromagnétiques. Barkhausen mit le premier en évidence ce caractère brutal et discontinu 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 1.10. En plaçant l'échantillon dans un champ variant de façon continue, il entendit une avalanche de « cliquetis », dont l'origine sont 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 1.9. Le désencrage de ces parois nécessite alors un champ appliqué légèrement supérieur. La paroi avance alors brusquement jusqu'au défaut suivant, ce qui induit la génération d'une onde électromagnétique et une variation de flux. C'est cette variation de flux qui correspond à l'événement Barkhausen élémentaire [BAR 19].

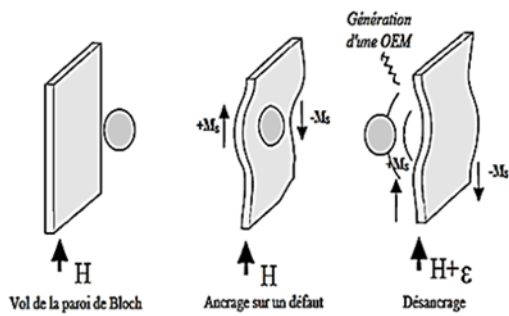


Figure 1.9 - Mouvement de la paroi de Bloch [BAR 19]

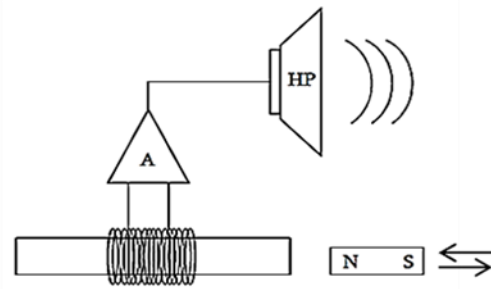


Figure 1.10 - Expérience de Barkhausen [BAR 19]

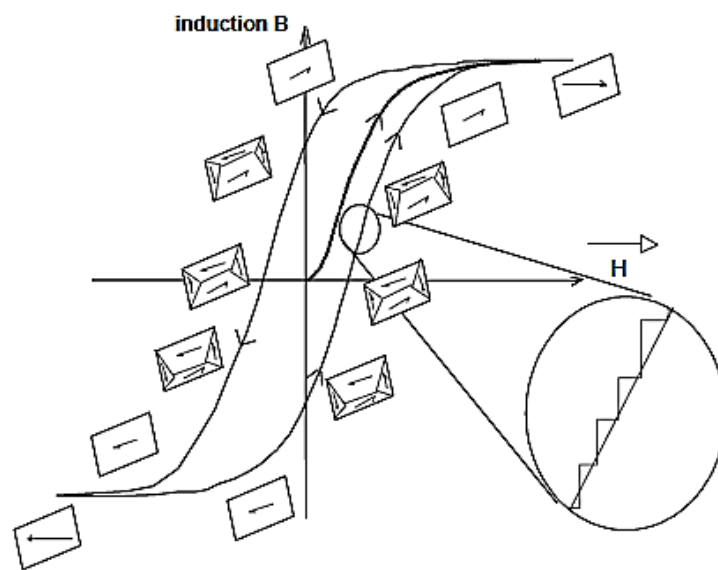


Figure 1.11 - Cycle d'hystérésis et évolution de la microstructure magnétique [AMA 07]

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 1.11) ce phénomène est dû au mouvement des parois de Bloch qui se fait par « sauts » successifs.

5.2. Influence de la microstructure cristalline

Un matériau ferromagnétique se caractérise par deux types de microstructures :

- la microstructure cristalline : la taille des grains, leurs constituants métallurgiques, les défauts cristallins,...
- la microstructure magnétique : les domaines de Weiss, les parois de Bloch....[BIE 02, ASH 76]. Il y a des influences entre les deux microstructures. Il est délicat de définir un effet de un seul paramètre microstructural sur le signal Barkhausen, car cette évolution est le résultat de plusieurs influences paramétriques.

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 [SAQ 99]. Ce phénomène justifie l'intérêt de cette technique pour la caractérisation des états et changements microstructuraux des aciers. Les tailles et les joints de grain, les dislocations, les précipités et la nature des phases constituent les principaux paramètres microstructuraux étudiés [AMA 07].

5.2.1. Influence de la taille de grains

a) Influence d'orientation des grains

L'énergie magnétostatique du cristal augmente d'autant plus que la désorientation entre deux grains adjacents est importante. O. Saquet et al. [SAQ 99] mettent en évidence une augmentation du signal Barkhausen avec la désorientation des grains.

b) Influence de taille de grains

Dans ce cas (la quantité de précipités change avec la taille de grains) [AMA 07]. Ces phénomènes sont à l'origine des divergences de résultats constatées par différents auteurs à ce sujet. Ainsi, lorsque la taille de grains d'un acier bas carbone augmente, [TIT 77] montre que la taille des sauts augmente aussi, comme on peut l'observer sur la figure 1.12.

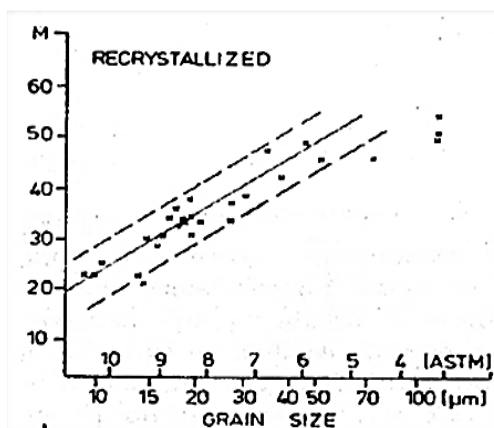


Figure 1.12 - Evolution du paramètre magnétique M en fonction de la taille de grains d'un acier bas carbone [TIT 77]

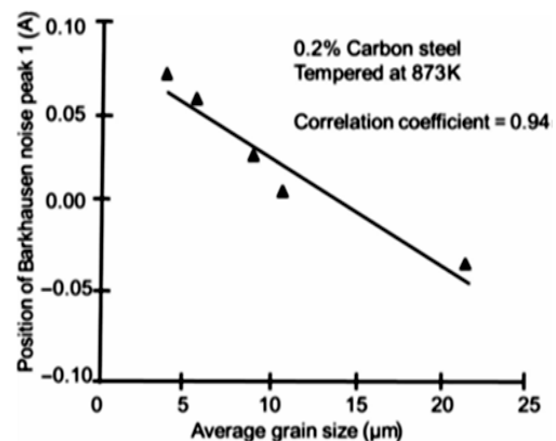


Figure 1.13 - Corrélation entre la position du pic de BB et la taille du grain pour différents échantillons d'acier au carbone trempé à 0,2% [NG 03]

Au contraire, lorsque la taille de grains augmente, Gatelier et Sakamoto [GAT 91, SAK 87] constatent une baisse du signal Barkhausen, pour du fer de haute pureté.

Plus récemment, Ng et al. [NG 03] montrent qu'il existe une augmentation de l'amplitude du signal pour des grains de plus faibles taille, pour un acier bas carbone. Ces résultats sont représentés sur la figure 1.13.

5.2.2. Influence des constituants métallurgiques

a) Influence de nature des phases constituantes

Les microstructures magnétiques typiques de différents constituants métallurgiques sont représentées sur la figure 1.14 suivante [SOU 02].

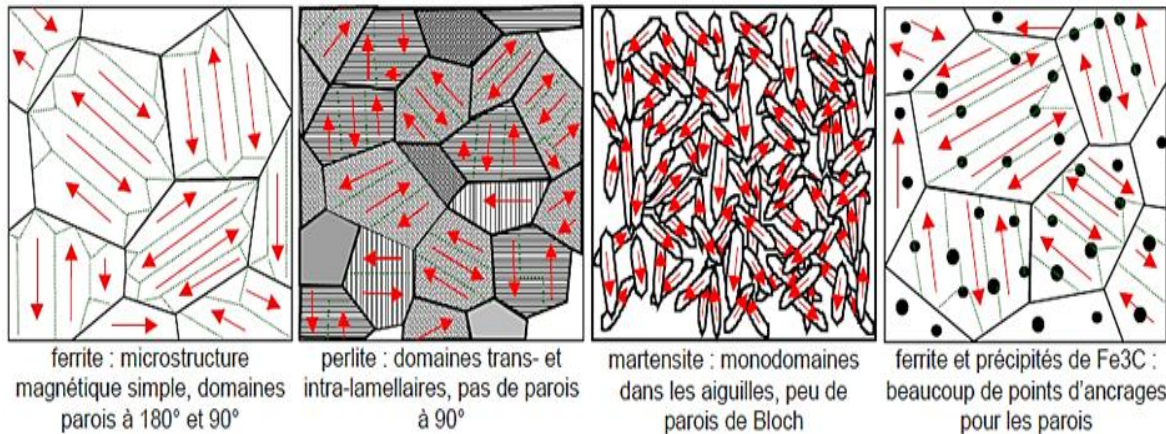


Figure 1.14 - Microstructures magnétiques des différents constituants métallurgiques [SOU 02]

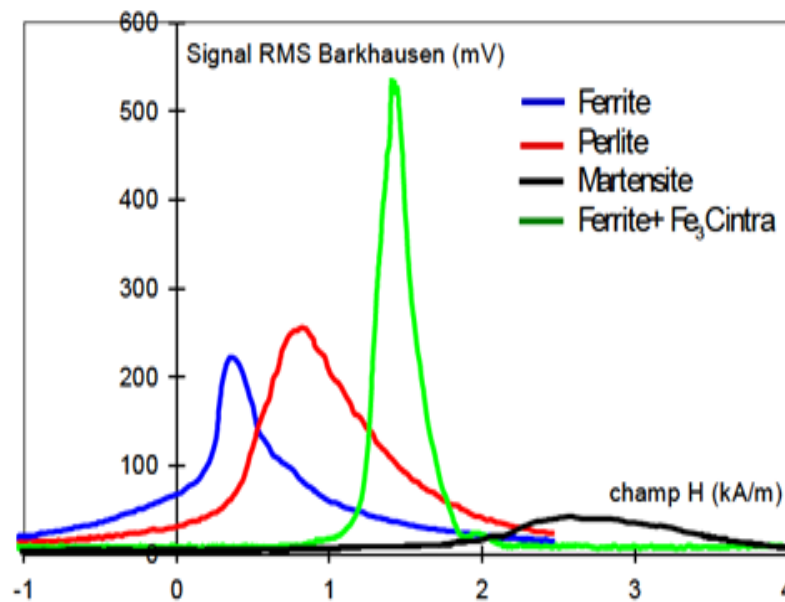


Figure 1.15 - Réponses RMS de Barkhausen spécifiques des différents états métallurgiques [SAQ 99]

D'après les travaux de O. Saquet [SAQ 99], met en évidence l'existence de pics RMS bien spécifiques pour chacun constituants métallurgique (phases) figure 1.15.

b) Influence de taux de carbone

Ng [NG 03] étudie les variations des différents paramètres du signal en fonction du taux de carbone contenu dans différents aciers composés de ferrite et/ou de cémentite. Il met en évidence une certaine corrélation entre ces paramètres, la dureté mécanique et le taux de

carbone et montre ainsi la possibilité d'évaluer le taux de carbone par la mesure du bruit Barkhausen, comme le montre la figure 1.16.

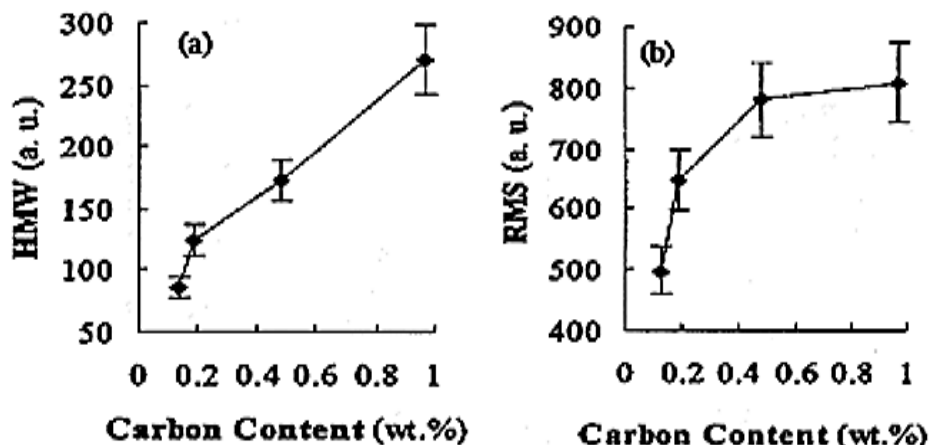


Figure 1.16 - Evolution de la largeur à mi-hauteur et de l'amplitude maximale du MBN en fonction du taux de carbone [NG 03]

Il faut cependant préciser que les constituants métallurgiques sont très différents d'un acier à l'autre et doivent certainement aussi avoir une influence sur la mesure.

c) Influence d'autres éléments

Plusieurs études montrent que pour améliorer les propriétés des aciers il faut comprendre le rôle de chaque élément par ce que, cela affectera sur la texture et la structure métallographique du matériau [VIC 03]. L'impact des différents composants cités est synthétisé dans le tableau 1.2.

Tableau 1.2 - Impact des composants sur les propriétés du Fer [ELY 17]

Composants	Propriétés mécaniques et métallurgiques	Propriétés magnétiques
Si	Texture <001> favorisée, dureté augmente, accroît le domaine α , augmente la résistivité	↑
C	Taille de grain diminue, formation de la phase γ	↓
Al	Taille de grain augmente, diminue la texture <111>, augmente la résistivité	↑
P	Taille des grains diminue, plans {200} favorisés, augmente la résistivité.	↑
Ti	Taille des grains diminue, plans {200} favorisés	↓
Zr	-	↑
Sn	Diminue la texture <111>	↑
Mn	Taille des grains augmente, plans {110} favorisés	↑
S	Décroit la taille des grains, favorise la formation de la texture {111}	↓

5.2.3. Influence des défauts cristallins

La microstructure des aciers subit de nombreux types de défauts [BIE 02, ASH 76]. On distingue tout d'abord l'ensemble des défauts ponctuels (à l'échelle atomique) constitué par les lacunes dans le réseau cristallin, les atomes interstitiels et les substitutions d'un atome par

un autre. Ces dernières vont interférer avec d'autres défauts, ce qui leur confèrent un rôle indirect sur les propriétés [BIE 02, ASH 76].

Les défauts de types linéaires (1D) sont : les **dislocations** et les **fautes d'empilement**. Une dislocation est correspondante à une discontinuité dans l'organisation de la structure cristalline. Notons qu'une lacune dans le réseau cristallin ralentit une dislocation ce qui durcit le matériau.

Les défauts du plan (2D) sont : les **macles** et les **joints de grains**. Les joints de grains sont des zones de grand désordre dans laquelle les défauts s'éliminent et un obstacle sur lequel butent les dislocations. Ces dernières sont directement liées à un paramètre très important de la microstructure des matériaux cristallins, à savoir la taille de grains.

Enfin les défauts tridimensionnels (3D) sont : les **précipités** sont des dont l'effet sur les propriétés du matériau est lié à sa cohérence avec le réseau cristallographique qui l'entoure. Donc on distingue les précipités cohérents et incohérents. Parmi les défauts tridimensionnels, on compte aussi les porosités formées par des **bulles de gaz** par exemple [ARB 16].

a) Influence des dislocations

Les déformations imposées au réseau cristallin par la présence d'une dislocation vont engendrer des perturbations magnétiques locales de type magnéto-élastique. Cependant, ces effets restent relativement faibles [SOU 02]. La présence de dislocations est souvent reliée à la présence de contraintes internes. En effet, il est délicat de caractériser l'aspect déformation tout en s'affranchissant de l'aspect contraint. Et pourtant ces deux éléments ont une influence propre et spécifique sur le mouvement des parois et donc sur le bruit Barkhausen. En termes d'arrangement des dislocations, Tiitto et all. [TIT 77]. définissent trois stades de déformation sur la base de la répartition des dislocations :

- pour de faibles déformations, les dislocations sont isolées et leur distribution est homogène. Les propriétés magnétiques ne varient que faiblement.

- pour des déformations intermédiaires (de l'ordre du %), les dislocations s'enchevêtrent et constituent ainsi des points d'ancrage pour les parois de Bloch.

- pour les forts taux de déformation (de l'ordre de 5 à 7 %), on constate une structure en cellules, qui forme un réseau d'obstacles plus importants pour les parois. Ce phénomène entraîne la stabilisation des propriétés magnétiques car la géométrie des cellules reste constante. De plus, la complexité du phénomène en lui-même (influence de la densité et à la fois de l'arrangement de dislocations) rend la compréhension de son influence sur les mouvements des parois délicate [AMA 07].

b) Influence des joints de grain

Les joints de grains sont des défauts directement en lien avec la taille de grains. Les joints de grains vont gêner le mouvement des parois de Bloch donc une diminution de la taille de grains provoque une diminution de la perméabilité, une augmentation du champ coercitif ainsi qu'une augmentation des pertes magnétiques [GAT 91, NG 03], la figure 1.16 illustre ce phénomène. La taille de grains augmente (restauration, recristallisation et grossissement des grains) alors que les pertes par hystérésis P15/50 (mesurées à 1,5 T et 50 Hz) diminuent, par contre l'induction magnétique B50 (mesurée à 5 kA.m⁻¹) reste quasiment inchangée.

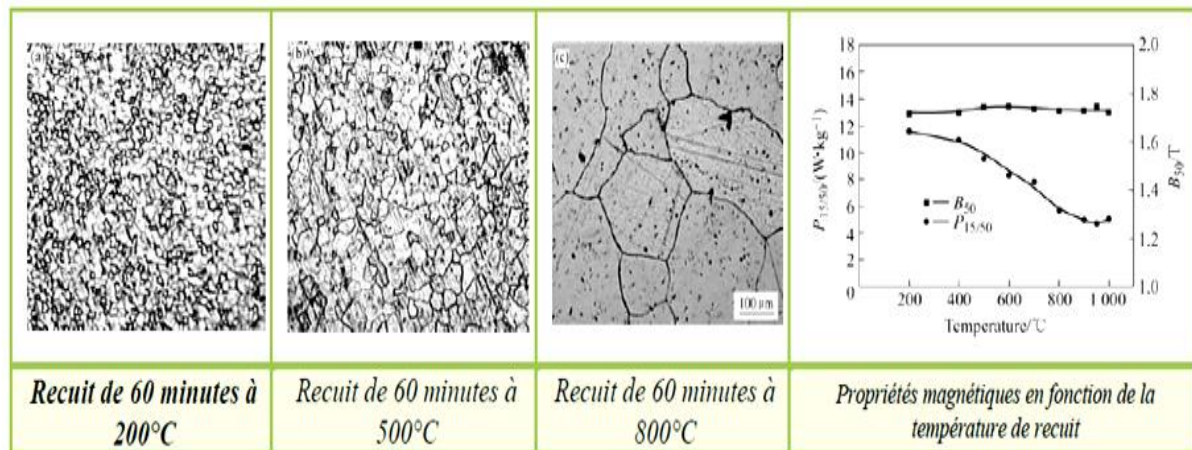


Figure 1.17 - Micrographies et propriétés magnétiques d'un acier électrique à grains non orientés [NG 03]

Le champ coercitif H_C décroît avec l'augmentation de la taille des grains d , selon une relation linéaire inversement proportionnelle des deux grandeurs ($H_C = f(1/d)$) [GAT 91]. En effet, une augmentation de taille de grains provoque une augmentation du volume des domaines de Weiss ce qui favorise un large mouvement des parois de Bloch et provoque des signaux de Barkhausen d'intensité importante et donc plus facilement détectable [ARB 16].

c) Influence des précipités ou inclusions

Les précipités peuvent être classés selon leur influence sur la microstructure magnétique surtout les précipités de taille plus grande agissent non seulement par ancrage des parois de Bloch mais aussi par modification de la structure des domaines magnétiques (effet magnétostatique) [AMA 07].

Les études réalisées sur du fer avec 400 ppm de carbone par C. GATELIER [GAT 91] permettent de comparer les influences des précipitations intragranulaire et intergranulaire de cémentite à taille de grain constante. Tout d'abord, il apparaît que la précipitation intergranulaire de cémentite ne modifie pas l'amplitude du signal Barkhausen car elle ne modifie pas les ancrages des parois de Bloch à l'intérieur des grains. En revanche, elle provoque un élargissement du signal attribué à la nucléation plus importante des parois à 90°. La précipitation intragranulaire de cémentite est obtenue par des maintiens à 250°C de plus en plus long d'échantillons initialement trempés à l'eau vers 720°C. La cinétique a été suivie, en fonction du temps de maintien, par le pouvoir thermoélectrique (PTE) et par caractérisation Barkhausen.

La surface du pic Barkhausen et la mesure du pouvoir thermoélectrique sont montrés dans la figure 1.18 en fonction du temps de vieillissement. Dans un premier temps, la partie de précipitation de la cémentite provoque une augmentation importante de l'amplitude. Par la suite, la coalescence des précipités provoque une diminution de l'amplitude du signal. GATELIER propose une interprétation en termes de nombre d'événements Barkhausen : la précipitation de la cémentite apporte des points d'ancrage plus nombreux pour les parois de Bloch. A microstructure magnétique identique, les événements Barkhausen élémentaires sont plus nombreux et l'amplitude du signal augmente. La coalescence de ces précipités implique

qu'il y a moins de points d'ancrage et qu'ils deviennent plus gros : cela provoque la diminution du nombre d'événements et la diminution de l'amplitude du signal [SOU 02].

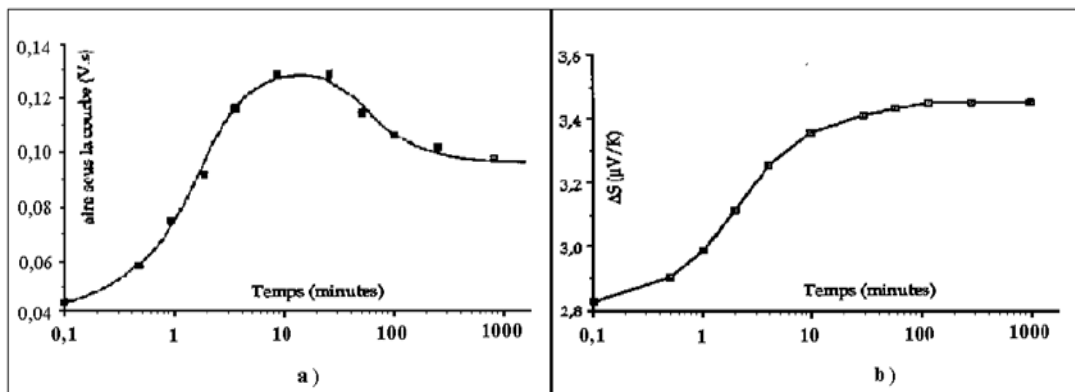


Figure 1.18 - a) Evolution de la surface du pic Barkhausen **b)** mesure du pouvoir thermoélectrique en fonction du temps de maintien à une température de 250°C après trempe à l'eau d'un fer pur additionné de 400 PPM de carbone à partir de 720°C ; Résultats de C. GATELIER [GAT 98]

6. 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.

6.1. 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.

La chaîne de mesure globale du bruit Barkhausen, est schématisée sur la figure 1.19.

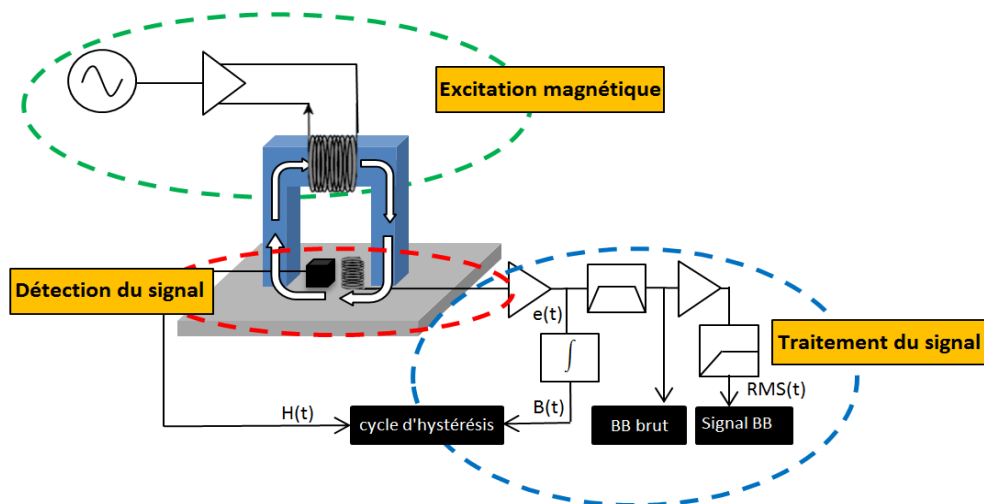


Figure 1.19 - Schéma de dispositif de mesure globale [SOU 02, VIC 03]

Globalement, il se compose de trois parties [SOU 02, GAB 12] : 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.

6.1.1. 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 en Mumétal, en ferrite ou en acier doux feuilleté selon les cas, entouré d'une bobine en cuivre de 200 à 500 spires. 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.

a) Circuit magnétique

Le circuit magnétique, représenté sur la figure 1.20, 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.

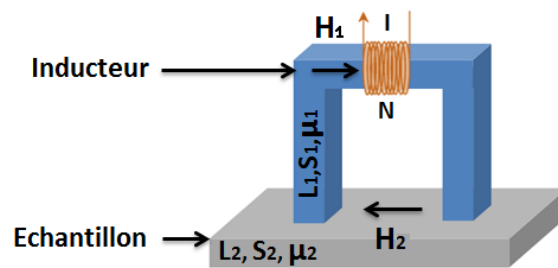


Figure 1.20 - Circuit magnétique [AMA 07]

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 :

$$H_1 \cdot L_1 + H_2 \cdot L_2 = N \cdot I \quad (9)$$

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 :

$$\Phi = B_1 \cdot S_1 = B_2 \cdot S_2 = \mu_1 \cdot H_1 \cdot S_1 = \mu_2 \cdot H_2 \cdot S_2 \quad (10)$$

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 :

$$H_2(t) = \frac{N}{\frac{\mu_2 \cdot S_2}{\mu_1 \cdot S_1} \cdot L_1 + L_2} \cdot I(t) \quad (11)$$

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 :

$$S_1 \gg S_2 \text{ et } (B_1)_{sat} \cdot S_1 > (B_2)_{sat} \cdot S_2 \quad (12)$$

b) 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.

6.1.2. 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 :

$$e(t) = -N \cdot \frac{d\Phi}{dt} \quad (13)$$

N correspond au nombre de spires de la bobine encerclant.

6.1.3. 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 :

$$B(t) = -\frac{1}{NS} \int e(t) \cdot dt \quad (14)$$

Les différents signaux obtenus par un système de bruit Barkhausen sont montré dans le tableau 1.3.

Tableau 1.3 - Différents signaux obtenu par un système de bruit Barkhausen [GAB 12]

Type de réponse	Signal Barkhausen brut	Signal RMS	Cycle d'hystérésis
Equation mathématique	$e(t) = -N \cdot \frac{d\Phi}{dt} \quad (13)$	$RMS(t) = \sqrt{\frac{1}{T} \int_t^{t+T} e(t)^2 \cdot dt} \quad (15)$	$B(t) = -\frac{1}{N \cdot S} \int e(t) \cdot dt \quad (14)$
Exemple de figure			
Paramètres de la réponse	RMS, FWHM, Peak voltage, Peak position, Aire du spectre du bruit et Nombre de pics mesurés.		H_C , H_S , B_r et B_{sat} .

7. Réponse Barkhausen par le système MikroMach

Le Dispositif MikroMach (figure 1.21) [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 1.22.

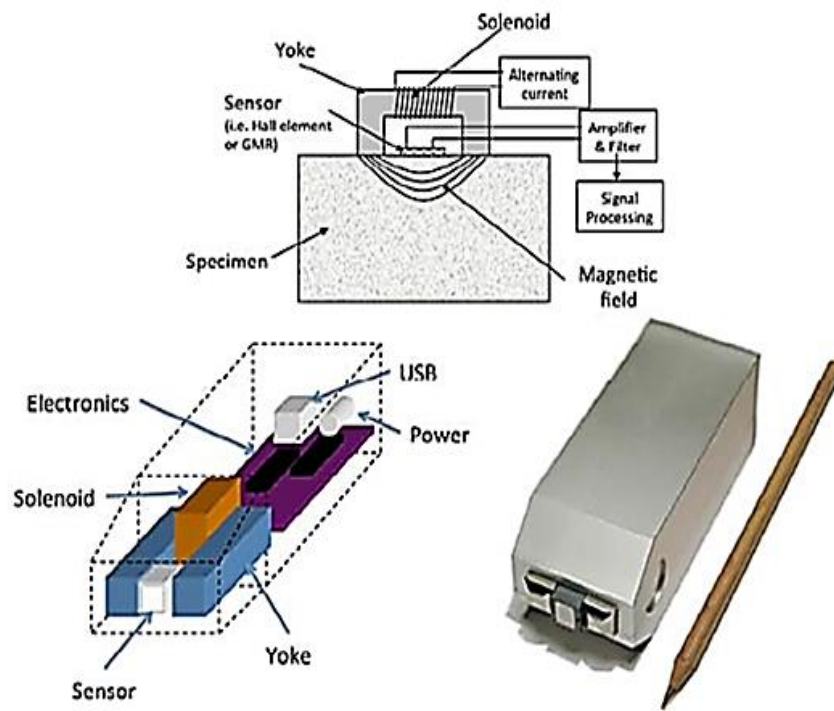


Figure 1.21 - Système MikroMach pour la caractérisation électromagnétique [BOL 15]

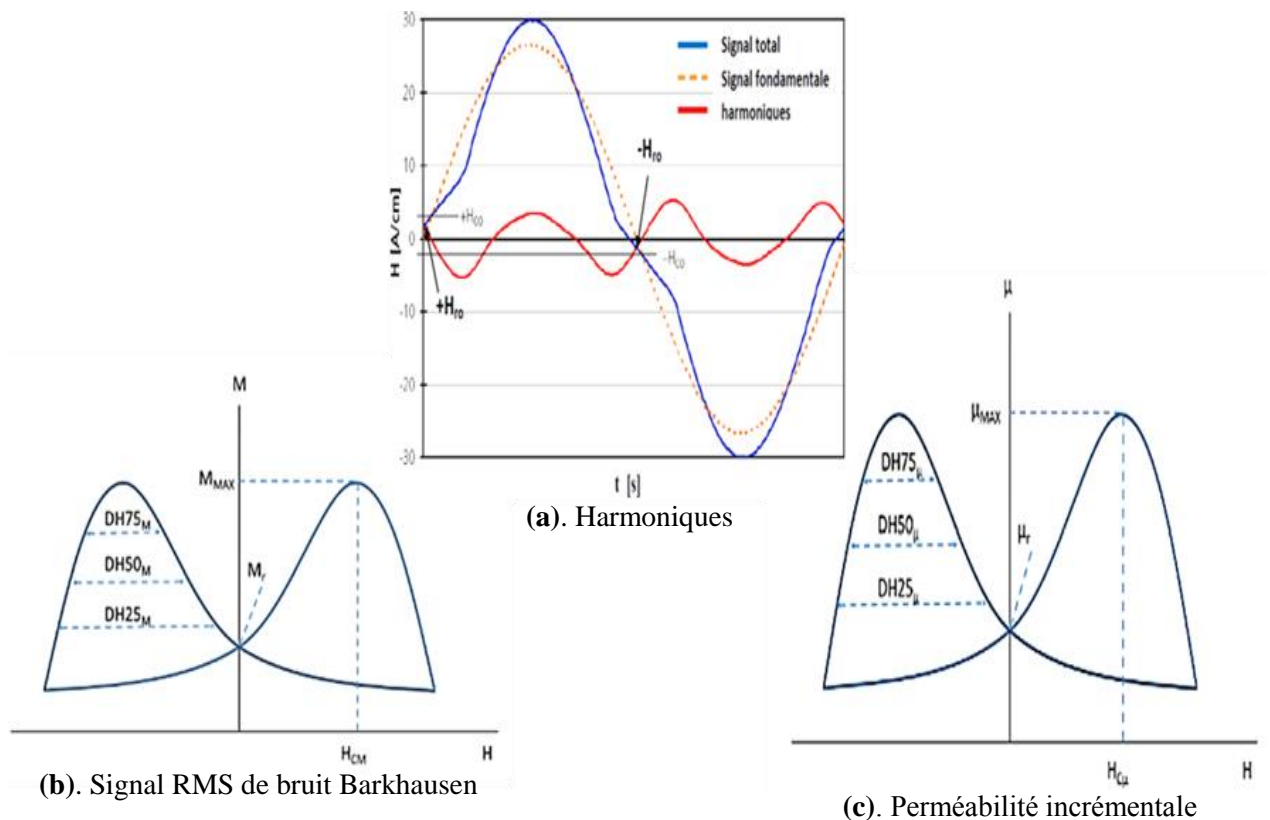


Figure 1.22 - Différents signaux obtenu par le système MikroMach [SAA 11]

7.1. Harmoniques

La figure 1.22 (a) montre les différents signaux de l'analyse harmonique lors de la magnétisation par le MikroMach. Les paramètres mesurant correspondant à ces courbes sont illustrées dans le tableau 1.4.

Tableau 1.4 - Paramètres obtenus par l'analyse harmonique [PIT 90, SAA 11]

Paramètres	Description
H_{meas}	Signale totale
H_{fund}	Signale fondamentale
H_{harm}	Harmoniques
K	Facteur de distorsion harmonique
H_{co}	Champ qui représente l'intersection entre le H_{meas} et le H_{fund}
H_{ro}	Champ qui représente l'intersection entre le H_{meas} et le H_{harm}

7.2. Signal RMS de bruit Barkhausen

La mesure de Signal RMS de bruit Barkhausen par le système MikroMach peut fournée des paramètres comme le montrée la figure 1.22 (b) et représenté dans le tableau 1.5.

Tableau 1.5 - Paramètres fournée par la mesure de signal RMS de Barkhausen par le système MMS

Paramètres	Description
M_{max}	Amplitude moyenne maximale des pics du signal RMS
M_{mean}	Valeur moyenne du RMS
M_r	Amplitude du bruit au point de rémanence
H_{cm}	Champ coercitif. ($H_{cm} = H_{co}$)
DH25 _m , DH50 _m , DH70 _m	Amplitudes du RMS pour les largeurs : 25%, 50%, 75%

7.3. Perméabilité incrémentale

Les différents paramètres qui nous peuvent obtenue d'après la mesure de la perméabilité incrémentale sont illustrés sur la figure 1.22 (c) durant la magnétisation, montrée dans le tableau 1.6.

Tableau 1.6 - Paramètres qui 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
$H_{C\mu\Delta}$	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%

Conclusion

Dans cette partie à rappeler quelques généralités concernant le magnétisme. 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 on fait un recensement bibliographique sur les influences microstructurale sur le bruit magnétique, donc la sensibilité de cette méthode à la microstructure du matériau ferromagnétique.

Ensuite, nous avons présenté les deux systèmes pour la caractérisation électromagnétique adoptés pour mesure de bruit Barkhausen et nous avons focalisé sur le MikroMach en raison de sa disponibilité au niveau du laboratoire LPM. Et nous avons décrit les différents paramètres de logiciel MMS.

Enfin, notre intérêt c'est la compréhension des applications du dispositif dans le domaine d'évaluation ou bien les caractérisations microstructurale du matériau ferromagnétique spécifiquement sur les aciers HLE dual phase.

Chapitre 2
Hauts grades d'aciers
pour pipeline

Introduction

Nous verrons dans ce chapitre un introductif sur les aciers à hauts grades pour pipeline et leur développement continu en raison de l'amélioration de leurs propriétés grâce à une bonne compréhension du rôle des composants chimiques qui déterminent leur microstructure et aussi l'influence des méthodes de fabrications de ces tubes.

Un pipeline (originaire de l'anglais) est un mode de canalisation formée par un ensemble des tubes en aciers soudés bout à bout [HAD 13]. Ces derniers sont soumis à des actions extérieures et intérieures (figures 2.1, 2.2). Les actions extérieures engendrent des contraintes et des déformations qui entraînent la modification des états physiques et mécaniques du matériau des tubes. Les actions internes donnent naissance à des contraintes internes, liées essentiellement à la distribution inégale des déformations dans le volume du matériau. Ces contraintes peuvent être thermiques surtout dans les points de soudage ils vont fragiliser ces points par l'augmentation de leurs dureté en cas des refroidissements rapide [BOU 10].

La localisation géographique des ressources en énergies fossiles - pétrole et gaz naturel - est souvent très éloignée des centres de consommation situés dans les zones industrialisées. L'acheminement de ces ressources sur des distances transcontinentales s'opère par navigation maritime ou par pipelines. D'importants réseaux de gazoducs ont été construits depuis les années 60 (figure 2.3) et se développent toujours. La réalisation d'infrastructures comme des lignes de gazoducs sur des centaines, voire des milliers de kilomètres, doit répondre à des impératifs de rentabilité et de sécurité. Afin d'être économiquement viable, la construction d'un pipeline doit permettre de transporter un débit de gaz aussi élevé que possible. Cet impératif a progressivement mené à une augmentation du diamètre des tubes, ainsi que de la pression de service [GUE 08].



Figure 2.1 - Pipelines [HAD 13]

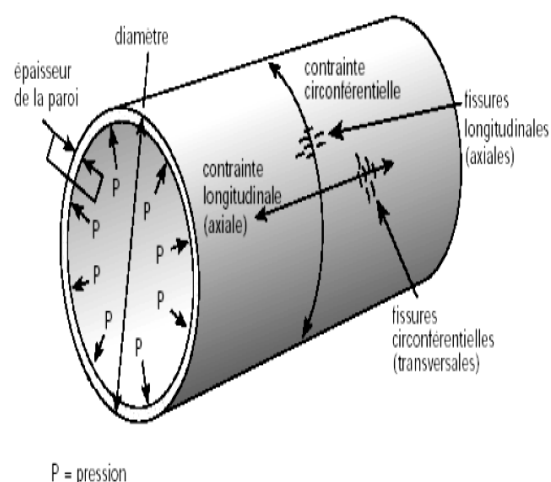


Figure 2.2 - Schéma montre les contraintes s'exerçant sur un pipeline [GUE 08]



Figure 2.3 - Réseau de transport par canalisation

<https://www.sonatrach.com>

Par conséquent, et pour assurer la fiabilité des conduites, l'acier des tubes doit posséder Plus d'une limite d'élasticité élevée, Les nouveaux pipelines appartiennent à la classe des aciers dits HLE. Pour Construction des matériaux extrêmement résistants et de revêtements de haute performance pour assurer le fonctionnement sécuritaire de la canalisation pendant de nombreuses années.

La détérioration des pièces pendant la fabrication ou l'utilisation est une problématique majeure dans le monde de l'industrie. Les expérimentations réalisées ont montré de larges possibilités d'analyse par les méthodes de contrôle non destructif (CND) en utilisant les procédés électriques et magnétiques dans l'évolution des diverses caractéristiques métallurgiques. Les propriétés électromagnétiques d'un matériau dépendent de sa composition chimique, sa microstructure et des contraintes appliquées [ALO 14].

I. Aciers à hauts grades pour pipeline

1. Aciers HLE

En général, les pipelines sont faits d'acier micro-allié à hauts résistance (HLE). Ayant des propriétés correspondant aux normes de l'*American Petroleum Institute* (API). L'amélioration constante de la limite d'élasticité constatée depuis les années 70 est liée au développement des tôles TMCP obtenues par laminage à température contrôlée suivi d'un refroidissement accéléré. L'augmentation de la limite d'élasticité a principalement été obtenue par affinement de la taille du grain ferritique [KUM 14]. La maîtrise du procédé de laminage et du traitement thermo-mécanique a ainsi permis d'augmenter la limite d'élasticité des aciers depuis le grade X52 dans les années 60 jusqu'aux grades X70 couramment employés de nos jours en gardant des microstructures ferrito-perlitiques. Le passage à des grades supérieurs, X80 à X100 (figure 2.4), passe par le développement d'aciers de microstructures bainitiques ou ferrito-bainitiques [GUE 08, BOU 10]. Les aciers de type X60, X65, X70 présentent une microstructure de type ferrito-perlitiques [HAD 13].

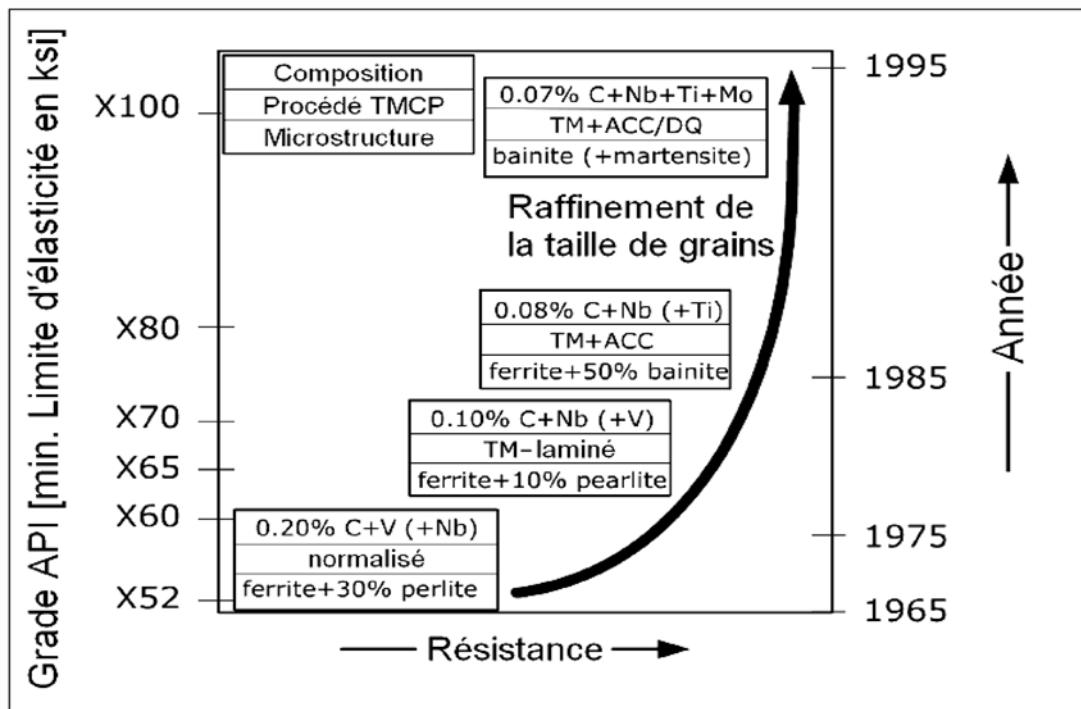


Figure 2.4 - Evolution des nuances d'aciers des pipelines en tant qu'exemple de développement de l'acier HLE [KUM 14]

La gamme de composition typique de différents aciers de qualité API tels que X60, X70, X80, ...etc. est indiquée dans le tableau 2.1 [HAD 13]

Tableau 2.1 - Composition typique (en% en poids) de la gamme d'acier de grade API X60, X70 et X80 [HAD 13]

API	Elements (wt. %)													
	C	Si	Mn	S	P	Al	Ti	V	Cu	Ni	Cr	N	Mo	Nb
X60	0.7	0.2	1.5	0.01	0.014	0.035	0.01	0.04	0.17	0.09	0.01	-	0.01	0.03
X70	0.06	0.18	1.55	-	-	-	0.017	-	-	-	0.02	0.0071	-	0.055
X80	0.056	0.31	1.90	0.0015	0.011	0.029	0.018	-	0.044	0.221	-	0.0044	0.213	0.046

Les limites maximales et minimales de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction recommandées pour ces différents types d'acier de canalisation sont présentées au tableau 2.2 [CLA 18, KUM 14]. Les aciers de grade API sont généralement obtenus sous forme de plaques laminées, normalisées laminées, laminées thermo-mécaniquement, normalisées et trempées, etc. Le procédé thermomécanique est un terme commun décrit comme la déformation plastique de l'acier. Pendant le traitement thermique pour améliorer les propriétés mécaniques par une conception appropriée du laminage à chaud et du chemin de refroidissement subséquent.

Tableau 2.2 - Limites maximales et minimales de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction recommandées pour ces différents types d'acier de canalisation par pipeline (Traduit de l'anglais) [CLA 18, KUM 14]

Grade	Limite d'élasticité (MPa)		Résistance à la traction (MPa)	
	Minimum	Maximum	Minimum	Maximum
X52	360	530	460	760
X56	390	545	490	760
X60	415	565	520	760
X65	450	600	535	760
X70	485	635	570	760
X80	555	705	625	825

II. Aciers HLE dual phase

1. Généralités sur les aciers dual phase

Pour les dernières décennies, des efforts ont été faits pour remplacer la perlite par martensite dans la microstructure des aciers au carbone. Dans les sections suivantes, il sera montré que la présence de martensite dans la microstructure peut avoir un effet bénéfique sur les propriétés mécaniques. Les aciers dual phase présentent une microstructure formée par des particules de phase dure (essentiellement de martensite ayant parfois de petites quantités de bainite) noyées dans une matrice ferritique ductile. En raison de leur microstructure de type composite, les aciers dual phase présentent des caractéristiques mécaniques intéressantes qui sont attrayantes pour l'industrie, en particulier le secteur automobile.

Le comportement de l'élasticité Continu, 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. L'utilisation des aciers dual phase dans les applications automobiles offre des avantages énormes, principalement en raison de la nécessité dans ce secteur pour une amélioration de la sécurité et le poids réduit des véhicules. La figure 2.5 montre la résistance à la traction et l'allongement total des aciers dual phase (ferrite-martensite) par rapport aux aciers faiblement alliés durcis par solution solide et par précipitation [MAZ 06]. Comme on peut le remarquer, les aciers dual phase (ferrite-martensite) avec une résistance à la traction et un allongement total de l'ordre de 600-900 MPa et 20-35%, respectivement, présentent une combinaison supérieure de résistance et la ductilité quand ils sont comparés avec les autres aciers. Ce compromis provient de leur microstructure constituée d'une phase dure (martensite) dispersée dans une matrice ferritique ductile. Ils ont une remarquable aptitude à la répartition des déformations permettant une bonne emboutissabilité.

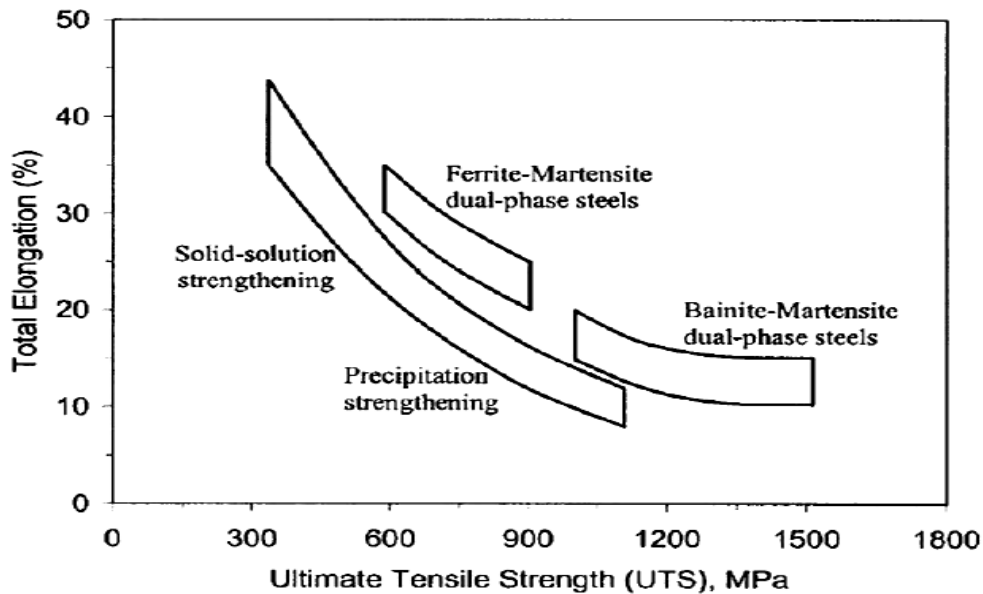


Figure 2.5 - Résistance à la traction et l’allongement total des aciers dual phase comparés à d’autres aciers faiblement alliés [MAZ 06]

2. Production des aciers dual phase

La microstructure peut être développée par un chauffage à l’intérieur d’un intervalle de température inter-critiques ($\alpha+\gamma$). L’acier de microstructure (ferrite-perlite) est d’abord chauffé à la température inter-critique (région de phase de ferrite-austénite entre les températures AC_1 et AC_3), où une certaine quantité d’austénite est formée. L’acier subit alors un maintien isotherme appelé recuit inter-critique, dont la température détermine la proportion ferrite-austénite ainsi que le taux de carbone contenu dans l’austénite. La dernière étape se compose d’un refroidissement suffisamment rapide pour provoquer la transformation totale de l’austénite restante en martensite [AND 05]. Finalement, la microstructure obtenue se compose d’une matrice de ferrite et d’îlots de martensite comme le montre la figure 2.6. La transformation martensitique s’accompagne d’une augmentation de volume des îlots, elle-même responsable de la concentration de dislocations localisées à l’interface entre les deux phases.

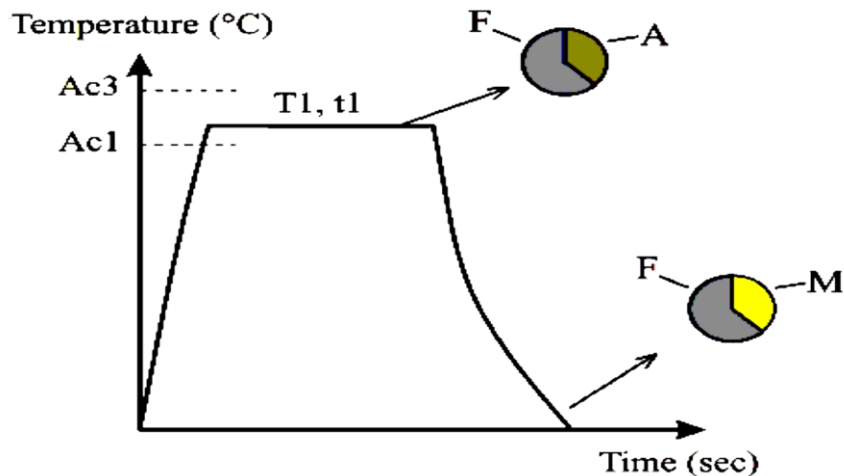


Figure 2.6 - Diagramme schématique montrant la production d’un acier dual phase [AND 05]

3. Composition chimique des aciers dual phase et rôle des éléments d'alliage

Les éléments d'alliage, et leurs proportions, peuvent modifier le diagramme d'équilibre Fer-carbone. Ils peuvent être regroupés en deux familles [MAH 06] :

- la première est la famille des éléments alphas. Ils favorisent la prépondérance à température ambiante d'une structure cristallographique cubique centrée. Ce sont notamment : le chrome, le molybdène, le silicium, le titane, le niobium, le vanadium, le tungstène, l'aluminium et le tantale.
- la seconde est la famille des éléments gamma. Ils favorisent la prépondérance à température ambiante d'une structure cristallographique cubique à faces centrées. Ce sont notamment : le manganèse, le nickel, le carbone, l'azote, et le cobalt.

Les aciers dual phase laminés à froid conventionnels contiennent environ 0.05 à 0.15 % de carbone selon leur grade. Le manganèse (Mn) constitue le principal élément d'alliage dans ces aciers, avec une teneur de l'ordre de 1.5 %. Le (Mn) est inclus dans la composition des aciers dual phases pour ses propriétés γ -gènes. En effet, sa présence est responsable de l'augmentation de la stabilité de l'austénite lors du recuit inter-critique et donc de l'amélioration de la trempabilité de l'acier. Par ailleurs, du fait de sa diffusion très lente dans l'austénite, la présence de cet élément retarde l'équilibre chimique au sein de cette phase lors du recuit inter-critique [SPE 81].

Outre que le Manganèse, le Silicium, le Chrome et le Phosphore constituent donc les principaux éléments γ -gènes. Cependant, l'intérêt de l'ajout de Si dans la composition des aciers dual phase est double puisque sa présence engendre également un durcissement non négligeable par solution solide de la ferrite. En plus de ces éléments, ces aciers sont généralement micro-alliés au Ti, V ou Nb [KHA 02, SOT 99] (tableau 2.3). De la même façon que dans les aciers HLE, l'ajout de ce type d'éléments a pour conséquence la formation de précipités (carbures, carbonitrides) au sein de la ferrite, ce qui permet d'obtenir un durcissement par précipitation de la matrice, engendrant une augmentation supplémentaire des caractéristiques mécaniques.

Tableau 2.3 - Rôle métallurgique des principaux éléments dispersoïdes [LOU 17]

Éléments	Durcissement par précipitation	Affinement du grain ferritique	Fixation de l'azote	Retard de recristallisation
Vanadium	Fort	Faible	Fort	Faible
Niobium	Moyen	Fort	Faible	Fort
Titane	Fort (< 0.05%)	Faible	Fort	Moyen

4. Microstructure des aciers dual phase

La microstructure de l'acier dual phase est constituée d'une phase ductile c'est la ferrite, et d'une phase dure c'est la martensite. Cette microstructure peut être obtenue en effectuant un recuit inter-critique dans le domaine ($\alpha+\gamma$). La figure 2.7 montre une microstructure vue par microscope électronique à balayage d'un échantillon chauffé à 760 °C [MIC 05]. Notez que

les îles martensite (gris clair) sont beaucoup plus petites que les grains de ferrite (gris foncé), et que les îles de martensite sont situées aux joints de grains de ferrite.

Les aciers dual phases sont caractérisés par une grande densité de dislocations mobile dans la ferrite, et cette caractéristique microstructurale est sans doute en grande partie responsable du comportement d'élasticité continu. Divers auteurs ont montré des exemples de forte densité de dislocations près de l'interface ferrite/martensite par microscope électronique à transmission. Un exemple particulièrement illustratif est donné à la figure 2.8 pour un acier dual phase. La densité de dislocation est relativement faible à l'intérieur des grains de ferrite et près des joints de grains ferrite/ ferrite; Cependant, la densité de dislocation dans la ferrite est très élevée à proximité des interfaces ferrite/martensite.

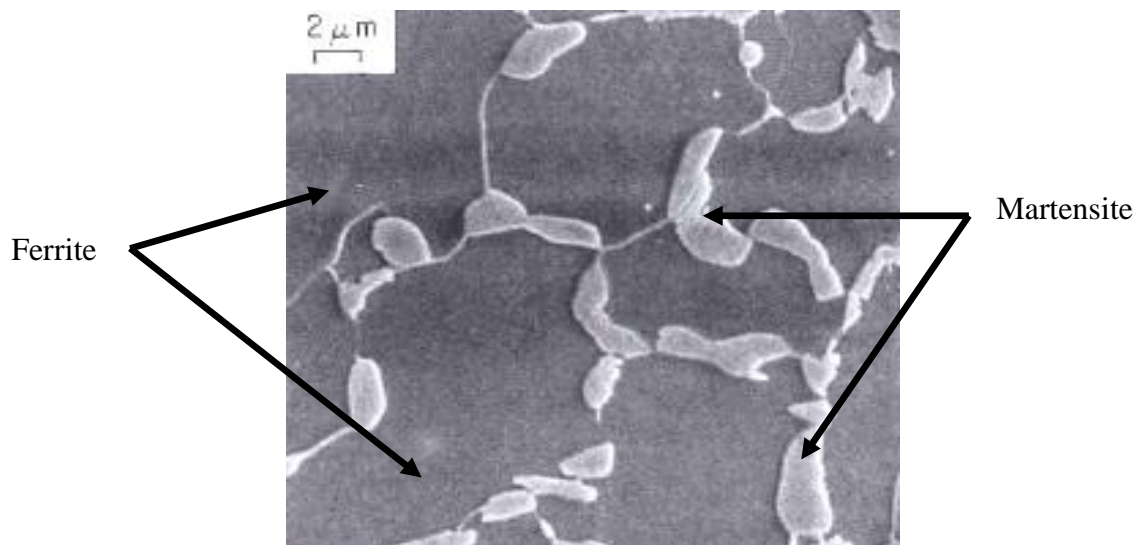


Figure 2.7 - Structure dual phase obtenue après recuit inter-critique à la température 760 °C
[MIC 05]

La répartition de ces dislocations mobiles est homogène au sein de l'acier. En effet, lors du refroidissement rapide appliqué en fin de recuit, le réseau cubique faces centrées de l'austénite se transforme en réseau quadratique centré de la martensite, par cisaillement du réseau cristallin. Cette transformation displacive, qui constitue une manifestation du changement de structure C.F.C./C.C. du fer, s'accompagne donc d'un accroissement de volume. Ce phénomène est à l'origine de l'existence d'une zone de déformation plastique dans la ferrite adjacente aux îlots de martensite. Speich et al [SPE 81] attribuent quant à eux cette continuité à la présence de contraintes résiduelles localisées autour des îlots de martensite. En effet, la déformation plastique s'amorce alors dans ces zones de concentration de contrainte, permettant ainsi une déformation répartie de l'acier.

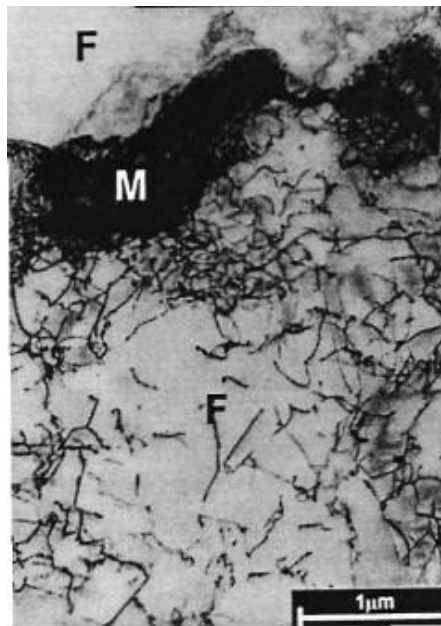


Figure 2.8 - Micrographie, obtenue en microscopie électronique à transmission, montrant les dislocations dans l'interface ferrite/martensite [AMA 07]

La microstructure des aciers dual phase se caractérise par un bon compromis résistance-ductilité. Quoiqu'il en soit, il est primordial de contrôler les différentes propriétés à la fois de la matrice et des inclusions afin d'optimiser ce compromis. Pour cette raison, un certain nombre d'auteurs se sont attachés à suivre l'évolution des propriétés mécaniques des aciers dual phase en fonction des caractéristiques de chacune des phases, et en particulier de la phase dure martensitique.

4.1. Caractéristiques des grains de ferrite

Deux types de ferrite peuvent être identifiés dans les aciers dual phase. Les caractéristiques mécaniques d'un acier dual phase dépendent aussi des caractéristiques de la matrice de ferrite (durcissement par solution solide ou par précipitation par exemple). Par ailleurs, Jiang et al [JIA 92, JIA 95]. Montrent que la contrainte d'écoulement d'un acier dual phase dépend de la taille des grains de ferrite selon une loi du type Hall-Petch.

4.2. Proportion de martensite

Liedl et al [LIE 02] confirment que la limite d'élasticité augmente avec l'augmentation du taux de martensite pour un acier dual phase à 0.09 % C, comme le montre la figure 2.9. Grâce à une analyse micro-mécanique par éléments finis, Liedl parvient à expliquer la linéarité constatée entre la limite d'élasticité $R_p 0.2$ et le taux de martensite contenu.

Naturellement, en termes de ductilité, l'augmentation du taux de martensite fait chuter l'allongement à rupture de l'acier. Cependant, la seule prise en compte de la proportion de martensite est insuffisante. D'autres paramètres ont une influence sur les propriétés mécaniques de l'acier et peuvent varier lorsque la proportion évolue.

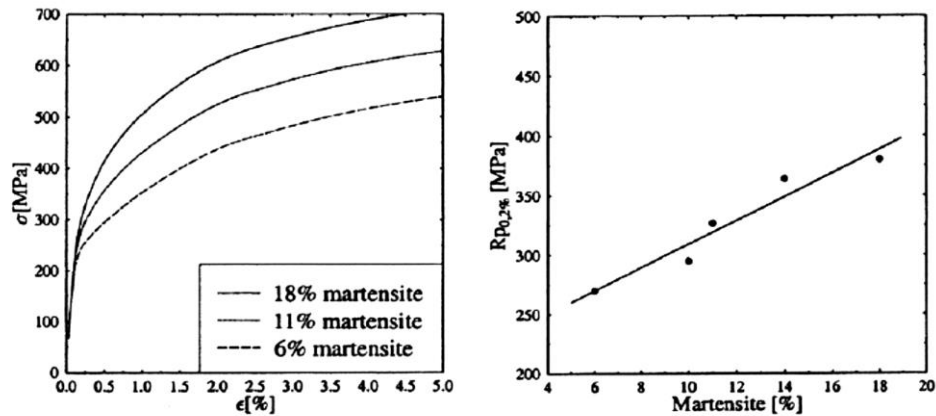


Figure 2.9 - Influence du taux de martensite sur la limite d'élasticité [LIE 02]

a) Taille et répartition des îlots de martensite

Pickering et al [PIC 92] estiment que l'évolution de la valeur de la limite d'élasticité d'un acier Dual Phase suit une loi de type Hall et Petch en fonction de la taille des îlots de martensite. En réalité, les mécanismes à l'origine de ce phénomène seraient plutôt à considérer physiquement en termes d'espacement entre îlots qu'en termes de taille d'îlots. En effet, ce n'est pas tant la taille de ces îlots qui modifie la valeur de la limite d'élasticité, que l'espacement entre ces derniers. Ainsi, plus la densité des îlots de martensite n'augmente, plus les fissures coalescentes tôt. En ce qui concerne l'allongement à la rupture, Pickering et al [PIC 92] constatent une diminution significative lorsque la taille des îlots augmente. En effet, les îlots jouent le rôle d'inclusions qui sont le siège des initiations de fissures et leur présence provoque une rupture anticipée.

Par ailleurs, Al-Abbasi et al [ALA 03, ALA 03*, ALA 07] mettent en évidence le rôle non négligeable de la dispersion des tailles d'îlots de martensite et modélisent ce phénomène. En effet, il semble que pour des taux relativement importants de martensite, la dispersion de tailles des îlots ait une influence sensible sur les propriétés mécaniques.

b) Morphologie des îlots de martensite

La morphologie des îlots de martensite constitue elle aussi un paramètre influant. De façon générale, plus les îlots de martensite sont interconnectés, plus la ductilité générale de l'acier diminue. Les travaux de Bayram et al [BAY 99] ont montré qu'il est possible d'obtenir des microstructures très variables en termes de répartition et de proportion de martensite, selon le chemin thermique emprunté avant le refroidissement depuis le domaine biphasé ferrite/austénite. Ainsi, les microstructures obtenues seront bien distinctes.

Becker et al [BEC 81] ont conçu un système par lequel des microstructures biphasées puissent être qualitativement décrites et classifiées. Une description complète de leur système de classification nécessite la connaissance des densités des différents types de grain et l'interface des phases (par exemple, α - α , α' - α et α - α'), les fractions volumiques relatives (c'est-à-dire $f_{v\alpha} + f_{v\alpha'} = 1$), et les tailles relatives [$d(\alpha)$ et $d(\alpha')$].

La figure 2.10 montre une représentation schématique des microstructures biphasées dans le système de classification mis au point par Becker et al, où la phase de martensite est sombre (α'), et la phase claire est la ferrite (α). Une structure de dispersion n'a aucune

interface (α' - α') et se compose d'une dispersion d'îles de α' dans une matrice de α , indépendamment des fractions de volume relatives. Une structure duplex idéale a les caractéristiques suivantes : 1) quantités égales de joints de grain (α - α) et de (α' - α'), 2) les fractions volumique égales de la ferrite et de la martensite, et 3) la taille du grain de ferrite et la taille d'île de martensite sont équivalents. Une structure de réseau (network) n'a aucune interface (α - α) et se compose de α' entouré de α , avec des joints de grains (α - α) sont remplacés par des interfaces (α - α').

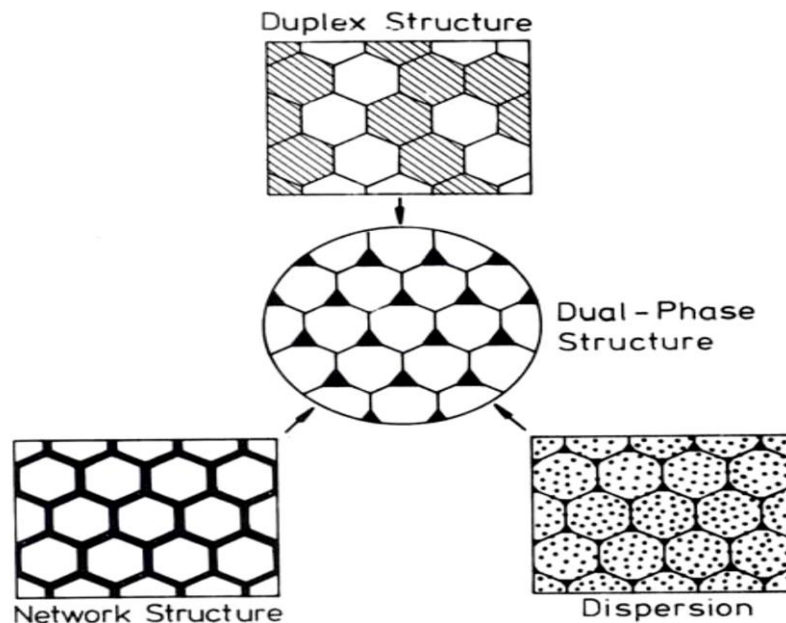


Figure 2.10 - Représentation schématique des microstructures biphasées de base [MAZ 06]

c) Taux du carbone dans la martensite

Si l'on considère que les flots de martensite restent indéformables plastiquement, il est probable que les variations de propriétés intrinsèques de la martensite qui dépendent sensiblement du taux de carbone qu'elle contient n'aient que peu d'influence sur le comportement global de la microstructure biphasée. Par contre, plus le taux de carbone contenu dans la martensite est important, plus la distorsion du réseau est grande. Il est alors envisageable que ce phénomène ait une influence sur la matrice de ferrite qui est d'autant plus importante que le taux de carbone contenu dans la martensite est élevé.

5. Propriétés mécaniques typiques des aciers dual phase

Pour illustrer les propriétés des aciers dual phase, il est utile d'examiner l'étude expérimentale de Speich et Miller [SPE 81*]. Ils produisent une série d'aciers dual phase en faisant varier systématiquement la concentration en carbone de l'acier et la température de recuit inter-critique. La figure 2.11 illustre la quantité de martensite (formé à partir d'austénite au cours d'un refroidissement rapide) dans un acier dual phase à 1,5 % de Mn en fonction de la concentration en acier au carbone pour différentes températures de recuit inter-critique.

Une observation importante à la figure 2.11, c'est que la même quantité en martensite peut être produite avec différentes concentrations de carbone. La relation entre la quantité de phase

austénite (et sa concentration en carbone) formée au cours du recuit à une température inter-critique et la concentration en carbone totale de l'acier peut être comprise à l'aide du diagramme de phase Fe-C. Dans la figure 2.12, deux aciers avec 0.06% et 0.12% de carbone et deux différentes températures inter-critiques, à savoir 770 °C et 825 °C, sont représentés comme des exemples possibles.

Tout d'abord, la concentration de carbone équilibre de la phase austénite (γ) formé à une température inter-critique fixe est indépendante de la teneur en carbone d'acier (par exemple 0.49% et 0.24% pour les deux des aciers à 770 °C et 825 °C, respectivement). Cependant, la fraction d'austénite est une fonction de la concentration en carbone de l'acier, plus élevée la concentration en carbone de l'acier, la plus grande est la teneur en austénite.

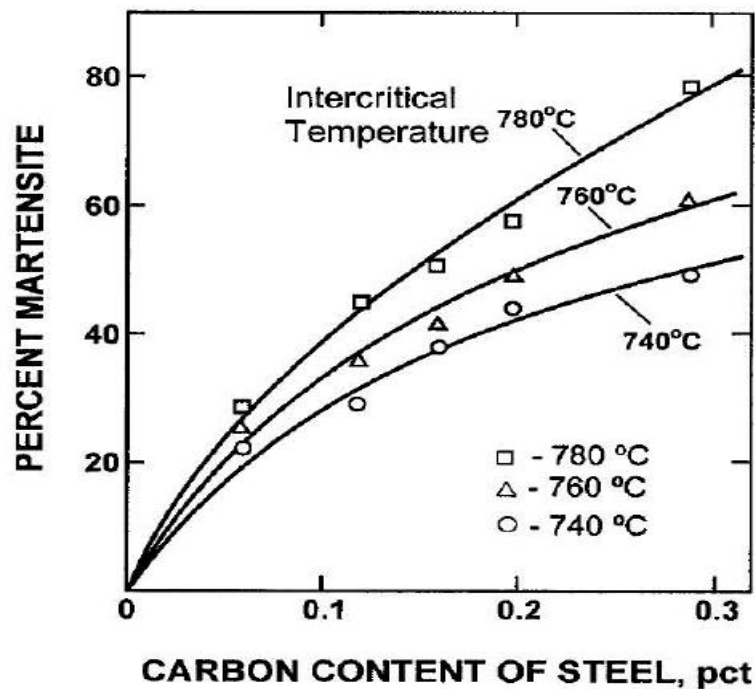


Figure 2.11 - Pourcentage de martensite dans un acier dual phase à 1.5% Mn en fonction de la concentration en carbone et la température inter-critique

Selon le diagramme de phase Fe-C, la quantité relative de la phase austénite formée dans les aciers à 0.06% et 0.12% de carbone à la température inter-critique de 770 °C peut être calculée en utilisant la règle du levier comme suit :

$$\text{Acier à 0.06 \% C (point a) : } \gamma = \frac{0.06 - 0.015}{0.49 - 0.015} \times 100 = 10\%$$

$$\text{Acier à 0.12 \% C (point b) : } \gamma = \frac{0.12 - 0.015}{0.049 - 0.015} \times 100 = 22\%$$

Où 0.015 est la concentration de carbone (en% M) de la phase de ferrite à cette température. Comme on peut le remarquer, une augmentation de la concentration en carbone de l'acier à partir de 0.06% à 0.12% conduit à une augmentation de la quantité de l'austénite (et de la martensite après refroidissement rapide) de 10% à 22%.

La fraction d'austénite formée pendant le recuit inter-critique dépend également de la température inter-critique. Comme autre exemple illustrant cet effet, la quantité d'austénite formée à 825 °C peut être calculée comme suit :

$$\text{Acier à 0.06 \% C (point a')} : \quad \gamma = \frac{0.06 - 0.010}{0.24 - 0.010} \times 100 = 22\%$$

$$\text{Acier à 0.12 \% C (point b')} : \quad \gamma = \frac{0.12 - 0.010}{0.24 - 0.010} \times 100 = 48\%$$

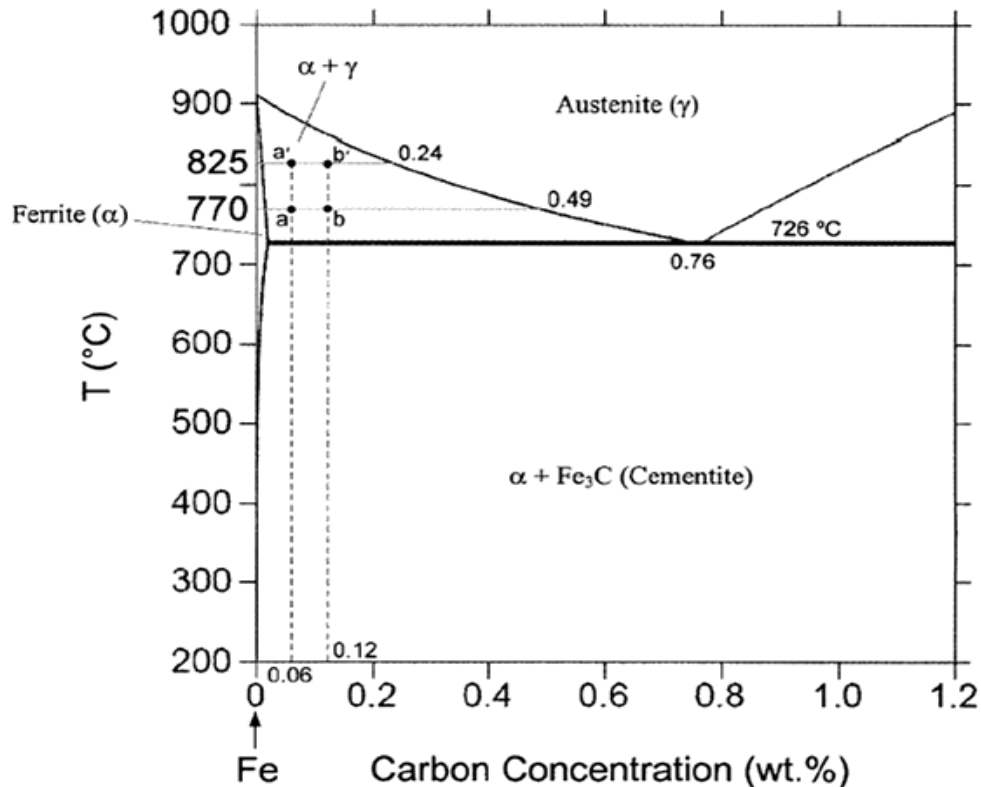


Figure 2.12 - Diagramme Fe-C montrant l'effet de la concentration en carbone dans l'acier et la température inter-critique sur la quantité de l'austénite formée

Où 0.010 % est la concentration de carbone en ferrite à 825 °C. Il est clairement visible que, une augmentation de la température inter-critique de 770 °C à 825 °C entraîne une augmentation dans le pourcentage de l'austénite (ou de la martensite formée à partir d'austénite lors de d'un refroidissement rapide) pour les deux des aciers avec 0.06% et 0.12% de carbone. Une autre observation est tirée de la figure 2.12, c'est que pour la formation d'une quantité fixe en austénite (par exemple 22%) dans des aciers à différents concentration de carbone, l'acier ayant une concentration en carbone inférieure doit être recuit à température inter-critique supérieur.

5.1. Absence de palier élastique dans les aciers dual phase

Lors d'un essai de traction sur un acier doux, on observe un crochet suivi d'un palier de traction, schématisés sur la figure 2.13.a [MUR 93, FRA 05]. Ce crochet de limite d'élasticité est la conséquence du blocage des sources de dislocations et de l'ancrage des dislocations par leurs atmosphères à l'état initial, avant toute sollicitation [SOL 98].

Lorsqu'on atteint la haute limite d'élasticité $\sigma_e H$, ces sources sont activées ou les dislocations se détachent de leurs atmosphères et le matériau s'adoucit brutalement, ce qui engendre l'apparition du crochet de traction. La déformation plastique est localisée sous forme de bandes, appelées bandes de Piobert-Lüders. Ces bandes de déformation s'étendent ensuite au reste de l'éprouvette. Durant cette étape, la contrainte reste constante, donnant lieu à un palier de traction. Lorsque ces bandes se sont suffisamment propagées pour envahir la totalité de la partie utile de l'éprouvette, l'écrouissage reprend normalement. Cette déformation hétérogène est fortement contraignante lors de l'emboutissage de la tôle.

Les aciers dual phases ne présentent pas de crochet ni de palier de traction, comme le montre la figure 2.13.b. Cette particularité est attribuée à l'introduction de dislocations mobiles autour des îlots de martensite, durant la transformation martensitique.

La répartition de ces dislocations mobiles est homogène au sein de l'acier. En effet, lors du refroidissement rapide appliqué en fin de recuit, le réseau cubique faces centrées de l'austénite se transforme en réseau quadratique de la martensite, par cisaillement du réseau cristallin. Cette transformation, qui constitue une manifestation du changement de structure C.F.C/C.C. du fer, s'accompagne donc d'un accroissement de volume. Ce phénomène est à l'origine de l'existence d'une zone de déformation plastique dans la ferrite adjacente aux îlots de martensite.

Deux conditions doivent être remplies pour que l'acier dual phase ait un comportement d'élasticité continu :

1. La densité des dislocations mobiles doit être suffisante.
2. Ces dislocations doivent rester mobiles à la température ambiante.

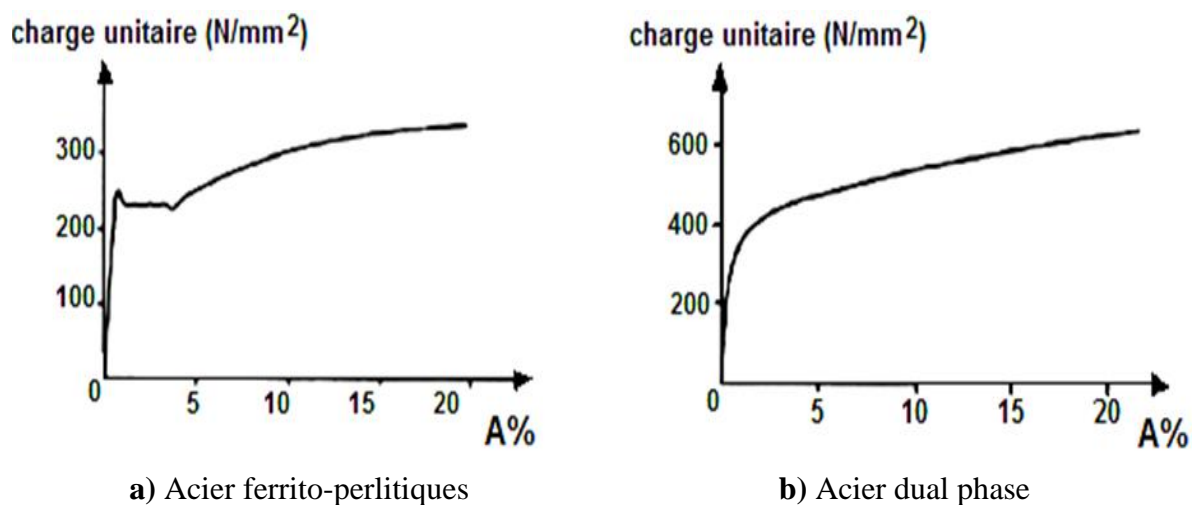


Figure 2.13 - Allures des courbes de traction

5.2. Phénomène d'érouissage

Les aciers dual phase présentent un fort taux d'érouissage initial très caractéristique. Lors de la déformation, la déformation plastique de la matrice ferritique transfère la contrainte appliquée à la phase martensitique. Les dislocations générées dans la ferrite due à la transformation martensitique (survenant au cours du refroidissement rapide) et l'incompatibilité plastique entre les phases constitutives contribuent également à l'érouissage des aciers dual phase. Le taux d'érouissage initial des aciers dual phases augmente avec l'augmentation du pourcentage de la martensite. Cet effet peut être observé à la figure 2.14 qui illustre les courbes de contrainte-déformation des aciers dual phases ayant des différents pourcentages de martensite (environ 25-60 %). Le phénomène d'érouissage est également affecté par la taille de la martensite. Selon Balliger et Gladman [BAL 81], le taux d'érouissage des aciers dual phase augmente avec la diminution de la taille de la martensite.

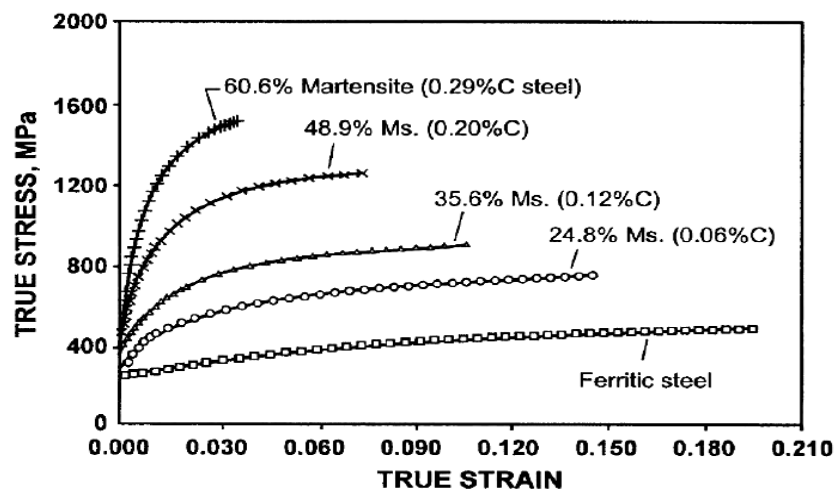


Figure 2.14 - Courbe Contrainte-déformation des aciers dual phase à 1.5 % Mn pour différentes concentration en carbone, chauffés à 760 °C

6. Fabrication des pipelines

La fabrication des tubes pour pipelines est la transformation des plaques d'acier en tubes en vue de son utilisation qui peut changer d'un produit à un autre et d'une région à une autre [HAD 13, BEL 12, LOU 17].

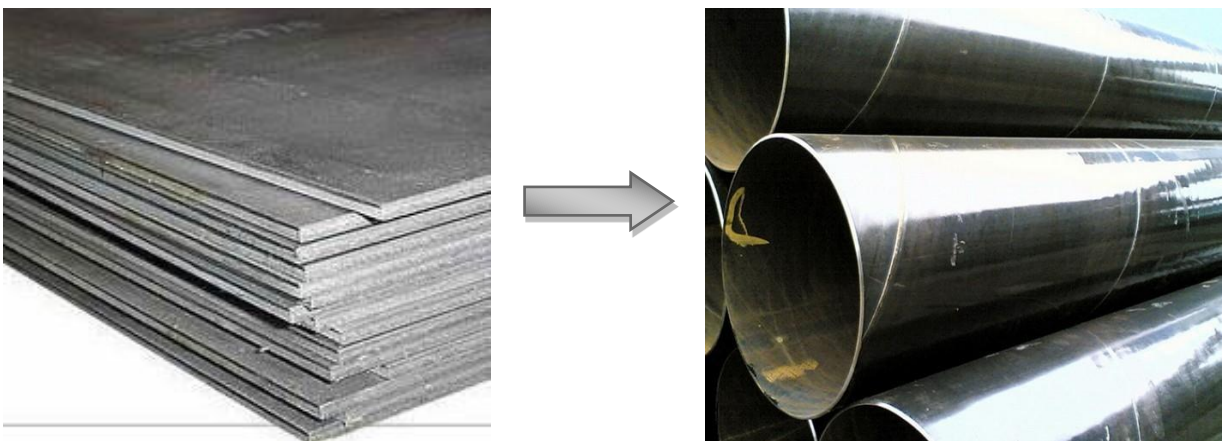


Figure 2.15 - De la plaque au tube en acier [BEL 12]

La diversité des diamètres et des épaisseurs de tubes correspondant le produit transporté ainsi que le développement avec le temps de leurs techniques de fabrication, constituent les raisons de la diversité du réseau de transport gazier. On retrouve :

- Les tubes soudés sous forme spirale
- Les tubes soudés sous forme longitudinale
- Les tubes formés sans soudure

6.1. Tubes soudés

a) Tubes soudés sous forme spirale

La fabrication des tubes soudés en spirale est réalisée en continu sur des machines à souder. Après déroulement de la bobine en bande par un train d'entraînement, la tôle est poussée dans la cage de formage où elle subit une déformation de cintrage sous l'action d'un vérin. L'obtention du formage en spirale est réalisée par l'inclinaison d'un angle α entre l'axe initial de la bande et l'axe de sortie du tube (figure 2.16).

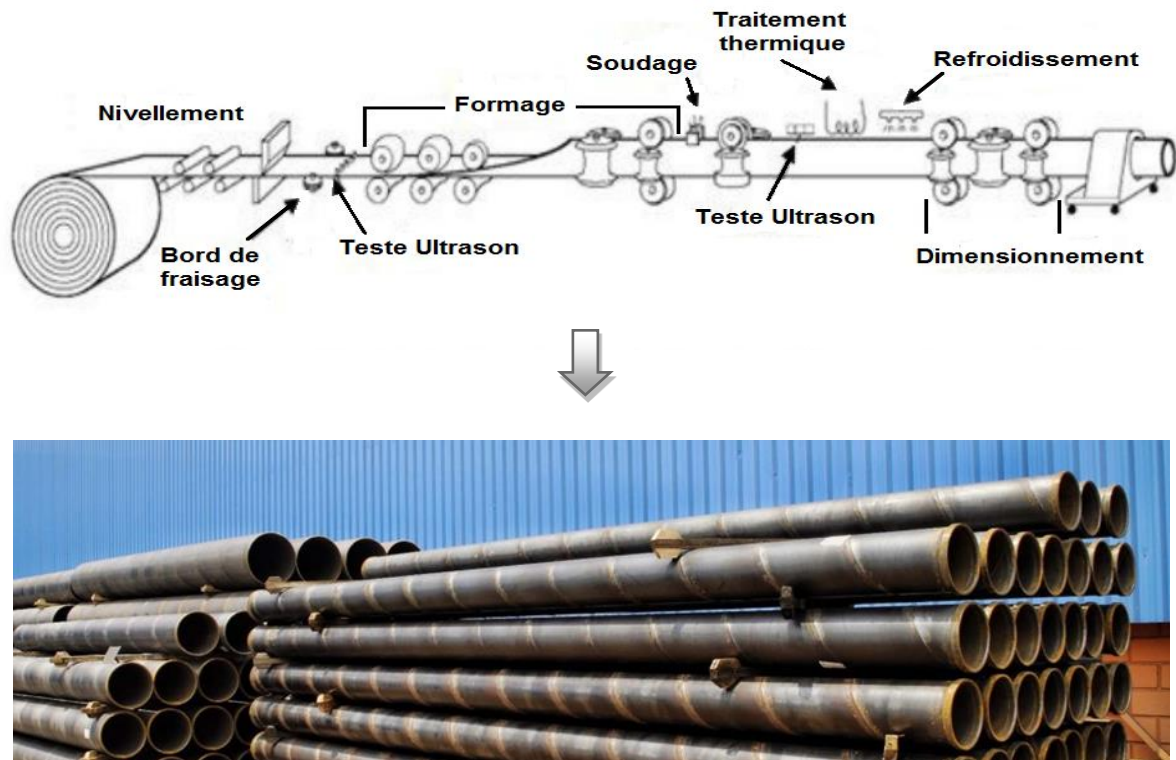


Figure 2.16 - Technique de fabrication des tubes soudés en spirale [ZAZ 17]

b) Tubes soudés sous forme longitudinale

Les tubes de grand diamètre soudés longitudinalement sont fabriqués selon le procédé "UOE", désignation qui reprend la variation de forme au cours de la fabrication ; Le croquage, la forme « U », la forme « O » et enfin l'expansion (figure 2.17).

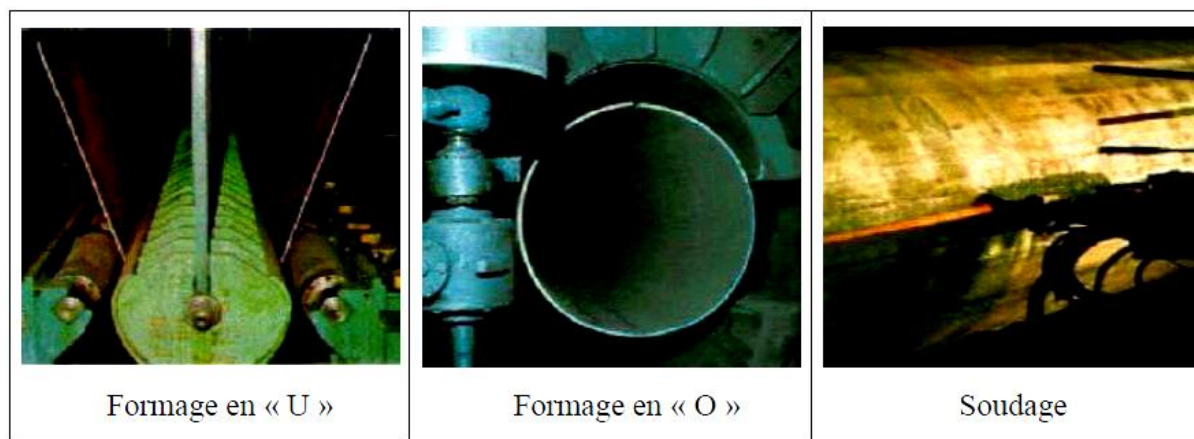


Figure 2.17 - Photos de la mise en forme des tubes par le procédé « UOE » [BEL 12]

Ce procédé comporte trois étapes principales qui sont le formage, le soudage et l'expansion-calibrage.

- **Le formage** représente les trois étapes pour passer de la plaque à la forme cylindrique.
 - le croquage à l'aide d'une machine appelée croqueuse afin de fixer la plaque et d'amorcer le pliage
 - la déformation en forme de « U » à l'aide d'une presse
 - la déformation en forme de « O » toujours par une autre presse
- **Le soudage** du tube est effectué intérieurement et extérieurement à l'aide de têtes soudeuses automatiques en utilisant la technique de soudage à l'arc sous flux. Le cordon intérieur est en général réalisé le premier.
- **L'expansion et calibrage** dans le but d'obtenir des tubes de section parfaitement circulaire, les tubes après être soudés sont soumis à une expansion mécanique ou hydraulique qui leur fait subir une augmentation de diamètre de 1 à 1.5 %.

Cette opération a pour conséquence de relaxer les contraintes résiduelles. Enfin une opération de chanfreinage est effectuée par une lameuse afin de faciliter le raccordement des tubes entre eux.

6.2. Tubes réalisés sans soudure

Les tubes formés sans soudure, sont généralement de petits diamètres et de longueur de moins de 450 mm, les méthodes principales de fabrication de ce type de tube se font de la façon suivante ; le métal est contenu entre la filière et l'aiguille, et par des pressions de poussées axiales, on obtient un tube monobloc sans soudure. Il existe une variante dite filage sur nez d'aiguille où l'aiguille est fixe (figure 2.18).

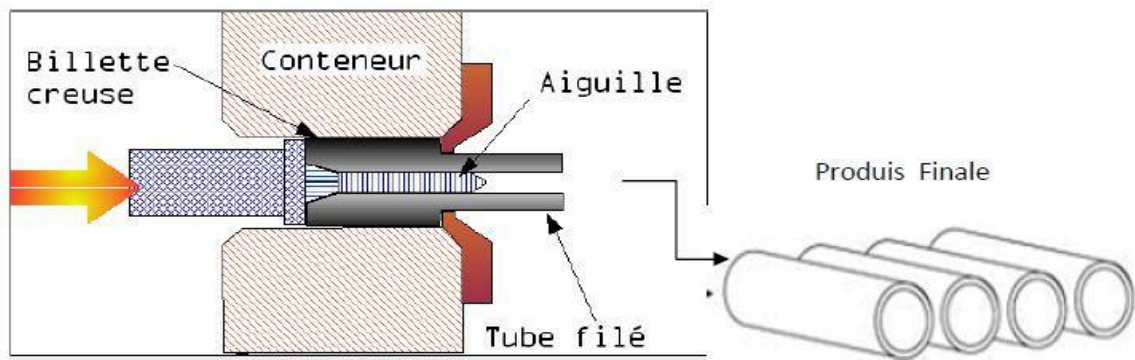


Figure 2.18 - Obtention des tubes sans soudure [HAD 13]

7. Caractérisation et propriétés mécanique de l'acier grade API 5L X70

7.1. Composition chimique et propriétés mécaniques de l'acier grade API 5L X70

Le tableau 2.4 représente la composition chimique de l'acier X70 et le tableau 2.5 montre les propriétés mécaniques requises pour le même acier, D'après l'étude de Hadj Meliani et all [HAD 15].

Tableau 2.4 - Composition chimique pour analyses de nuance X70 [HAD 15]

	C	Mn	Si	Ni	Mo	S	Cu
Min	0.050	1.000	0.150	-	-	-	-
Max	0.140	1.700	0.350	0.250	0.250	0.005	0.080
	V	Nb	Al	P	Cu	V	
Min	-	-	0.010	-	-	-	
Max	0.080	0.040	0.04	0.020	0.080	0.080	

Tableau 2.5 - Propriétés mécaniques de l'acier grade API X70 [HAD 15]

E (MPa)	ν	$\sigma_{E0.2}$ (MPa)	σ_U (MPa)	A %	k	n
$2.22 \cdot 10^5$	0.3	483.03	673.14	40.55	855.70	0.094

Les propriétés mécaniques de résistance à la traction seront conformes aux exigences du **tableau 2.5** avec (E) le module de Young, (ν) le coefficient de Poisson, ($\sigma_{E0.2}$) la limite élastique selon la norme, (σ_U) la contrainte ultime, (A%) l'allongement à la rupture, et (k) et (n) étant les paramètres de Hollomon. Les rapports de la limite élastique à la charge de rupture pour chaque éprouvette d'essai ne devront pas excéder 0.85.

7.2. Microstructure de l'acier grade API 5L X70

Il s'agit d'un acier à structure ferrito-perlitique. La microstructure obtenue est la suivante la figure 2.19.



Figure 2.19 - Microstructure de l'acier X70 dans le sens longitudinale
[BEL 12]

Cette microstructure se compose essentiellement de grains de ferrite polygonaux (blanc) et de perlite (foncé) organisés en bandes. Ce type de microstructure sont engendrées par la ségrégation des éléments Mn et P lors du laminage : elles sont courantes pour les aciers X70 [BEL 12, HAD 15, HAD 13].

Conclusion

Ces dernières années le laminage contrôlé a été complété par le refroidissement accéléré par arrosage à l'eau afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques des tôles. Cela a permis d'accroître la résistance de l'acier de laminage contrôlé, jusqu'à 700 MPa, sans modifier pratiquement la ténacité à la rupture et la tenue au froid. A des vitesses de refroidissement suffisamment élevées, les éléments perlitiques de la structure sont remplacés par une structure bénitique. Dans les aciers ferritiques, de telles vitesses font augmenter la quantité de bénite à basse teneur en carbone. Les meilleures améliorations des propriétés mécaniques sont réalisables dans les aciers de classe bénitique à teneur en carbone particulièrement basse.

De tels aciers ont une grande perspective pour l'emploi dans la fabrication des tubes pour la réalisation des gazoducs de grands diamètres et haute pression de service. Des études récentes montrent l'efficacité de l'emploi de l'acier bénitique de composition chimique : 0,03 %C, 0,15 % Si, 1,90 % Mn, 0,04 Ni, 0,02 % Ti, dans la fabrication des tubes de dimensions 1420 x 18,7mm. De tels tubes ont une ténacité élevée à la rupture ductile, à des températures proches de -30°C , avec une tenue au froid suffisante et des limites de résistance à la rupture $\sigma_R = 644$ MPa et à l'écoulement $\sigma_{0,2} = 600$ MPa.

Chapitre 3

Matériaux étudiés
et techniques expérimentales

Introduction

Ce chapitre est consacré à la présentation de l'acier étudié et aux traitements thermiques qui ont été effectués. Nous présenterons ensuite les techniques de caractérisations expérimentales de cet acier.

1. Matériaux utilisés

L'acier étudié dans le cadre de ce travail est un tube en 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].

Nous avons commencé par l'analyse de la composition chimique de notre acier à été faite par spectroscopie par flamme au niveau du laboratoire des essais mécaniques au sein de la société ALFAPIPE (l'Algérienne Fabrication de Pipe) à Ghardaïa. Pour contrôlée sa teneur en carbone, manganèse, silicium et en éléments d'alliage. Le tableau 3.1 est présentée cette composition chimique.

Tableau 3.1 - Composition chimique en (% massique) de la gamme d'acier de grade API5L X70

C	Mn	Si	S	P	Al	Nb
0.08	1.58	0.35	0.012	0.007	0.036	0.054
V	Ti	Ni	Cu	Cr	Mo	B
0.045	0.001	0.005	0.010	0.055	0.005	0.0003

2. Prélèvement des échantillons

2.1. Découpage

Nous avons procédé à la fabrication de deux types d'échantillons (figure 3.1), (figure 3.2), on a fabriqué 23 paires d'échantillons les petits échantillons pour l'observation métallographique ainsi que l'essai de dureté mécanique H_V , et les grands échantillons permettant d'effectuer des mesures de bruit Barkhausen, un échantillon pour étude l'état initial, sept (07) échantillons pour effectuer le traitement thermique d'austénitisation et quinze (15) échantillons restent pour effectuer les différents traitements thermique dual phase. Le découpage est effectué à l'aide d'une tronçonneuse accompagné d'un lubrifiant.

Les échantillons ont été découpés à partir d'un tube de pipeline et leurs dimensions ont été soigneusement choisis afin qu'elles soient conformes à l'appareil de mesure par bruit Barkhausen et sont montrées dans la figure 3.3.

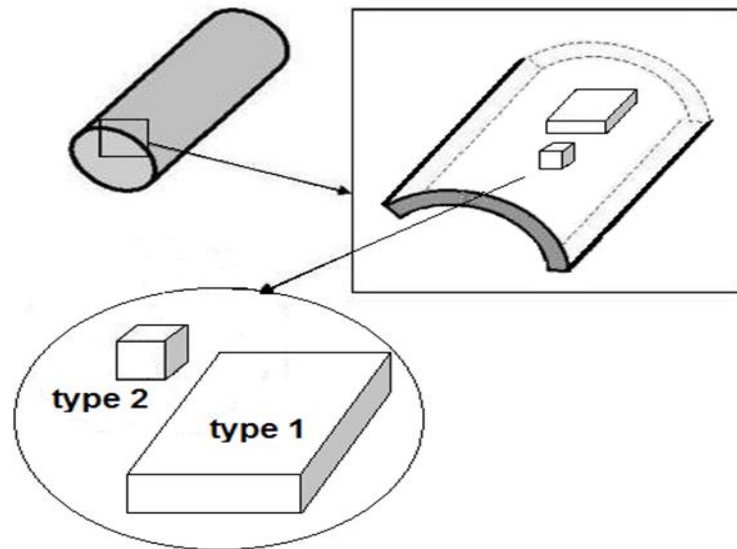


Figure 3.1 - Schéma montre le prélèvement de deux types des échantillons



Figure 3.2 - Différentes étapes de préparation des échantillons

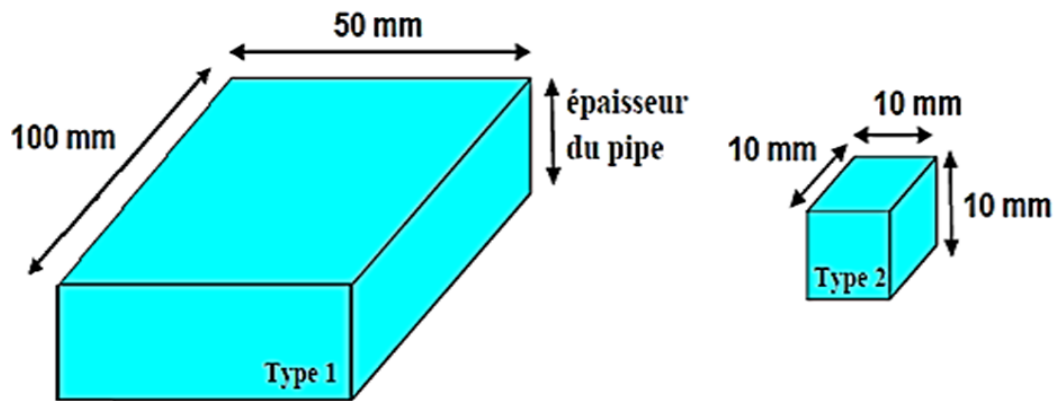


Figure 3.3 - Schéma montrant les dimensions des échantillons massifs

3. Préparation des échantillons

3.1. Différents traitements thermiques effectués

Les traitements thermiques que nous avons effectués au cours de cette étude, ont été faits à l'aide d'un four de type NABERTHER au niveau du laboratoire de LGP de l'université de Laghouat (figure 3.4).

Avant tous traitements thermiques, il faut maîtriser le diagramme (Fe-C) des phases de l'acier qui correspond à sa composition chimique comme expliqué dans le chapitre précédent, et le diagramme TTT (diagramme de Transformation Température Temps de l'austénite en conditions isothermes) et le diagramme TRC (diagramme de Transformation en Refroidissement Continu) pour déterminer la durée de maintien, le type de refroidissement, le domaine de transformation, les phases existantes et leurs proportions. Tout ça dépend de la microstructure que nous voulons obtenir.



Figure 3.4 - Four NABERTHER

3.1.1. Traitement d'austénitisation

C'est une transformation dans le domaine austénitique, qui consiste à homogénéiser la structure de l'acier en transformant les éléments microstructuraux ferritiques (α , CC) en austénite (γ , CFC) et en dissolvant la cémentite et les carbures dans l'austénite suivant les étapes (figure 3.5):

- Chauffage aux températures d'austénitisation
- Durée de maintien 30 minutes
- Refroidissement à l'air (figure 3.6)

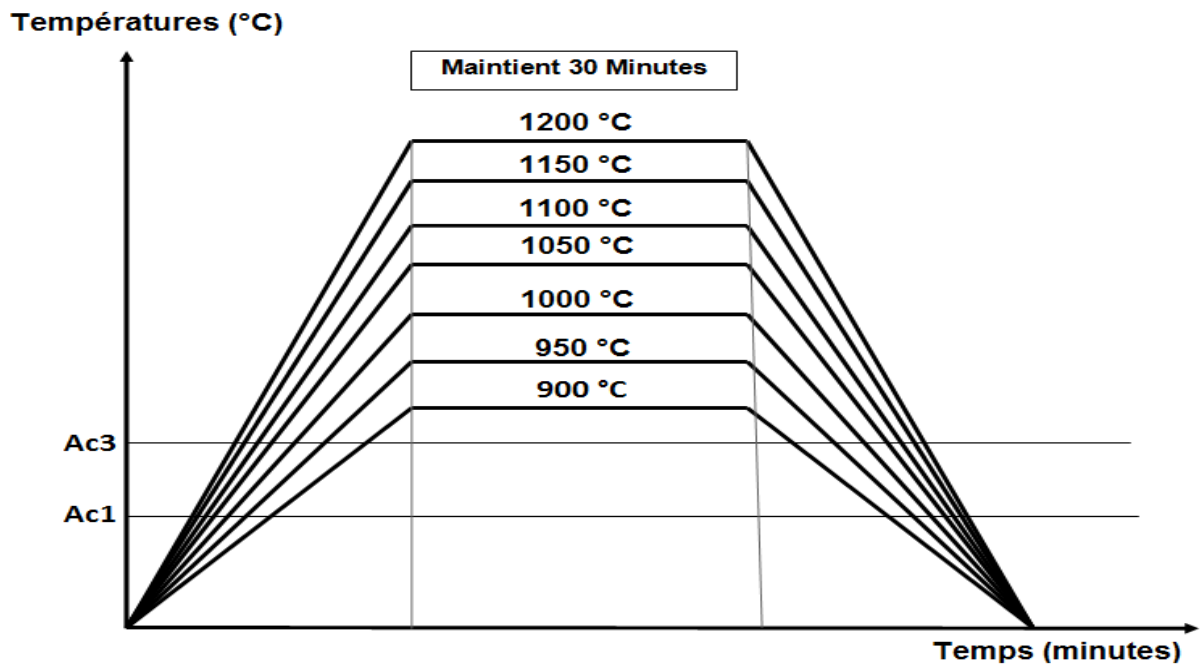


Figure 3.5 - Cycle thermique d'austénitisation de l'acier X70



Figure 3.6 - Trempe à l'air des échantillons traités

3.1.2. Développement d'une structure dual phase

Pour développer une structure dual phase (Ferrite+Martensite) avec différentes morphologies et fraction volumique de la phase martensitique, nous effectuons trois

traitements thermiques DQ, IQ, SQ, correspondent (figure 3.7), (figure 3.9), (figure 3.10) suivants :

a) Traitement (DQ) : direct quenching

- Chauffage aux températures inter-critiques
- Durée de maintien 30 minutes
- Trempe à l'eau (figure 3.8)

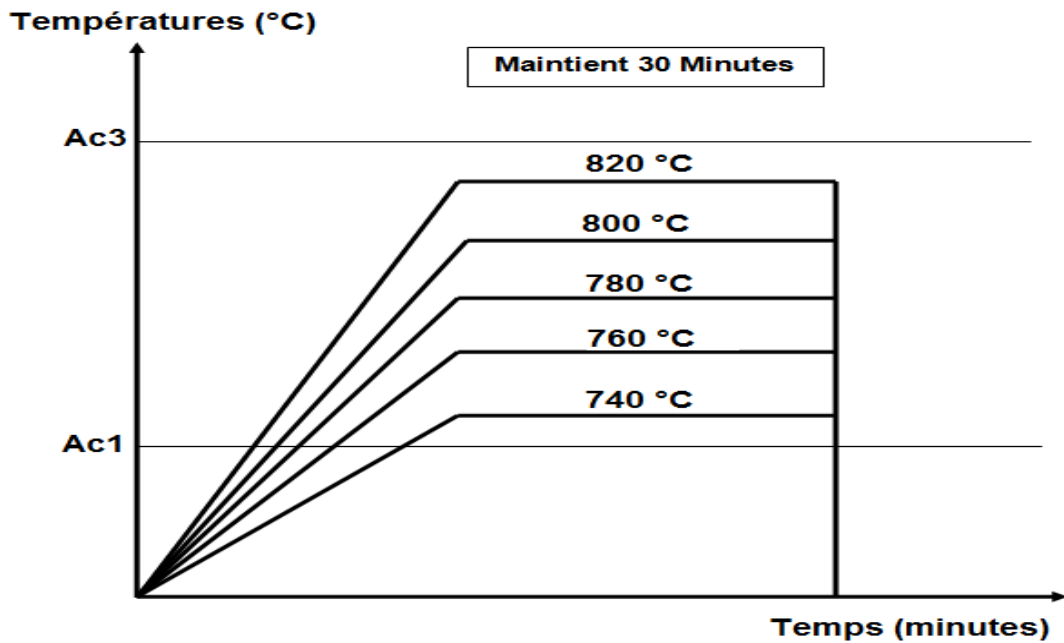


Figure 3.7 - Cycle thermique DQ de l'acier X70



Figure 3.8 - Trempe à l'eau de l'échantillon traité

b) Traitement (IQ): intermediate quenching

- Chauffage à 950 °C
- Durée de maintien 30 minutes
- Trempe à l'eau
- Recuit aux températures inter-critiques (figure 3.9)

- Durée de maintien 30 minutes
- Trempe à l'eau (figure 3.8)

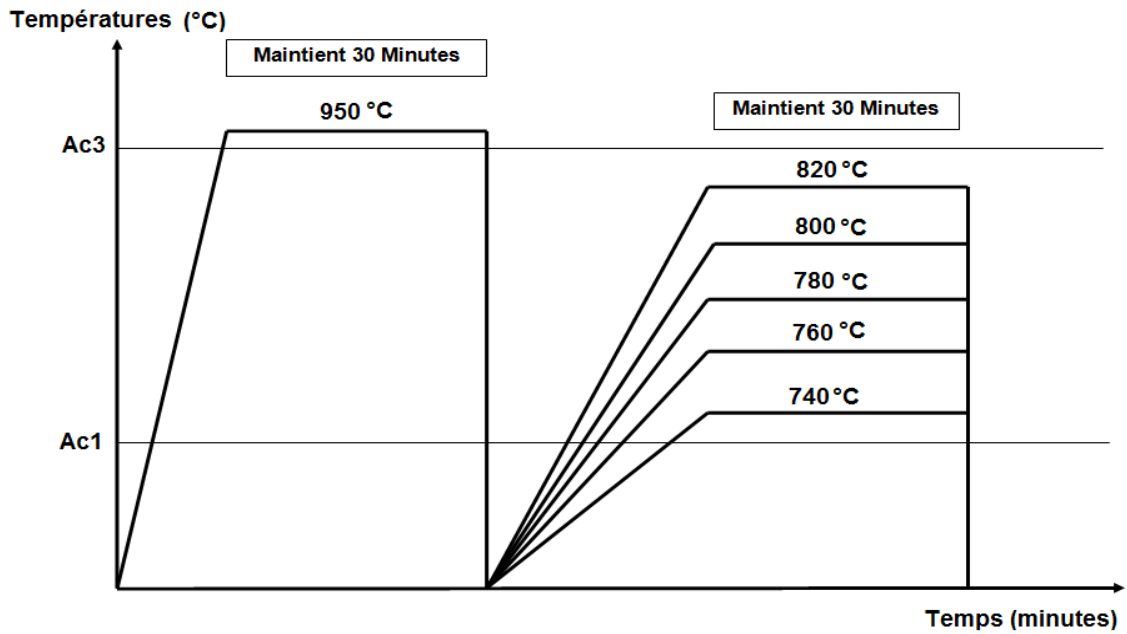


Figure 3.9 - Cycle thermique IQ de l'acier X70

c) Traitement (SQ): step quenching

- Chauffage à 950 °C
- Durée de maintien 30 minutes
- Refroidissement dans le four jusqu'aux températures inter-critiques (figure 3.10)
- Durée de maintien 30 minutes
- Trempe à l'eau (figure 3.8)

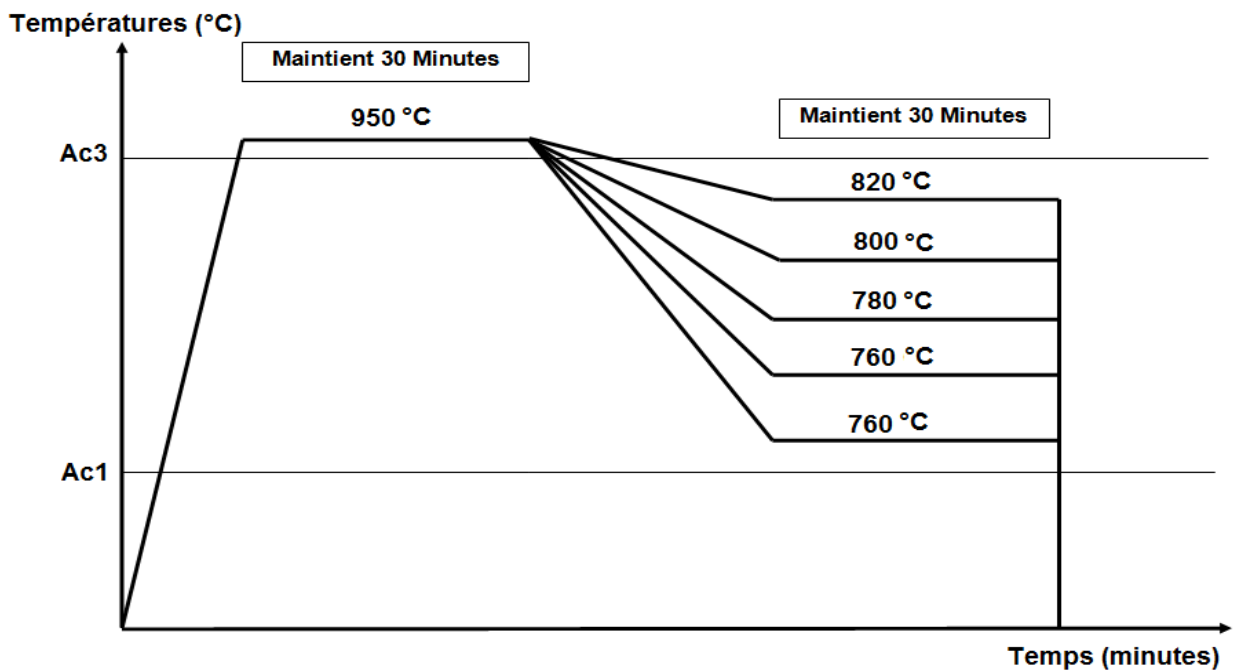


Figure 3.10 - Cycle thermique SQ de l'acier X70

Après les traitements thermiques, les échantillons sont numérotés (figure 3.11) et répertoriés.



Figure 3.11 - Numérotation d'échantillons

3.2. Polissage

Pour mettre en évidence la microstructure des échantillons après traitement thermique, un protocole standard a été appliqué, les échantillons sont polis avec une lubrification à l'eau à l'aide d'une polisseuse (figure 3.12) aux différents papiers abrasif SiC (carbure de silicium) commencé le polissage par des papiers abrasif à gros grain finira par des papiers abrasif à fin grain jusqu'à la disparition des rayures (stries), ensuite on passe à la finition pour obtenir une surface miroir avec une pâte diamantée ou l'alumine sur un tapi.



Figure 3.12 - Polisseuse

3.3. Attaque chimique

Les échantillons sont ensuite attaqués avec une solution au Nital (4% d'acide nitrique (HNO_3) et 96% d'éthanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)). Cette dernière est utilisée pour les examens des structures des grains des aciers au carbone faiblement alliés et non alliés. La surface miroir obtenue par le polissage est plongée dans le Nital pendant environ 10 à 15 secondes afin de révéler la microstructure et cela se manifeste par la disparition de l'état miroir (matte), ensuite il faut rincer l'échantillon avec l'eau pour arrêter l'effet de l'attaque chimique.

4. Examen métallographique

Après un dernier nettoyage, les échantillons sont prêts pour l'observation au microscope optique ou par le MEB (Microscope électronique à balayage).

4.1. Examen microstructure

a) Microscopie optique

Les échantillons sont ensuite observés aux microscopies optiques. Le microscope optique de type LIECA DMLM avec différents grossissements au niveau du laboratoire de Génie des procédés au département de génie mécanique de l'université de Laghouat (figure 3.13).



Figure 3.13 - Microscope optique LIECA DMLM (Labo LGP Laghouat)

b) Microscopie électronique à balayage (MEB)

Seulement trois échantillons ont été observés par microscopie électronique à balayage. Le MEB utilisé est de type TESCAN modèle VEGA3 piloté par un micro-ordinateur (figure 3.14).



Figure 3.14 - Microscope électronique à balayage (MEB)
(Labo LGP Laghouat)

4.2. Mesures de dureté H_V

L'appareil utilisé est un duromètre universel à rebondissement de type (Hardness Testing System Model: Th-180). Nous effectuons plusieurs mesures de dureté vickers sur chaque échantillon afin d'obtenir une valeur moyenne représentative de la dureté vickers globale. Ces mesures sont réalisées dans le laboratoire d'expertise de la DML (direction maintenance de Laghouat) (figure 3.15).



Figure 3.15 - Appareil de mesures de dureté H_V (DML Laghouat)

5. Technique de mesure par bruit Barkhausen

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.

5.1. 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 3.16.



Figure 3.16 - Dispositif de mesure par bruit Barkhausen (Labo LPM Laghouat)

Le capteur utilisé, en l'occurrence MikroMach est présenté sur la figure 3.17.

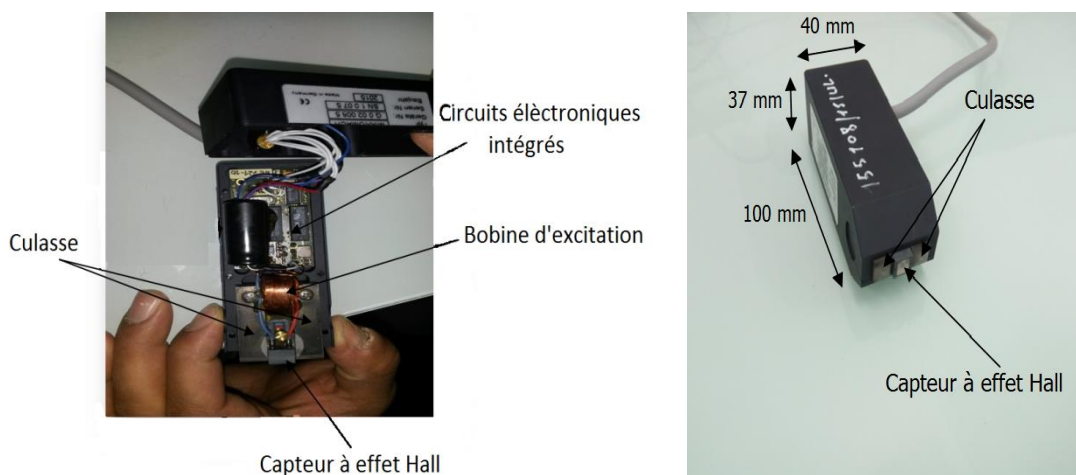


Figure 3.17 - Capteur MikroMach

5.2. 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 3.18) pour celle-là on a adapté un support d'un angle droit en aluminium.



Figure 3.18 - Mesure par MikroMach sur l'échantillon analysé

- **Etape 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 3.19).

Les mesures par bruit Barkhausen sont effectuées dans des conditions optimisées et sont présentés dans le tableau 3.2 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 3.2 - Conditions optimisées pour la mesure [CHT 16]

Paramètres	Réglages
Fréquence de magnétisation	variable
Amplitude de magnétisation	variable
Sensibilité de sonde à effet hall	225 A/Cm/A
Nombre de mesures effectuées	5
Surface de magnétisation	40 mm ²

- **Etape 3** : Différents signaux obtenus (figure 3.19), sont numérisés et enregistrés comme des fichiers sous format texte, puis traités et exploités sous MATLEB pour chaque échantillon réalisé.

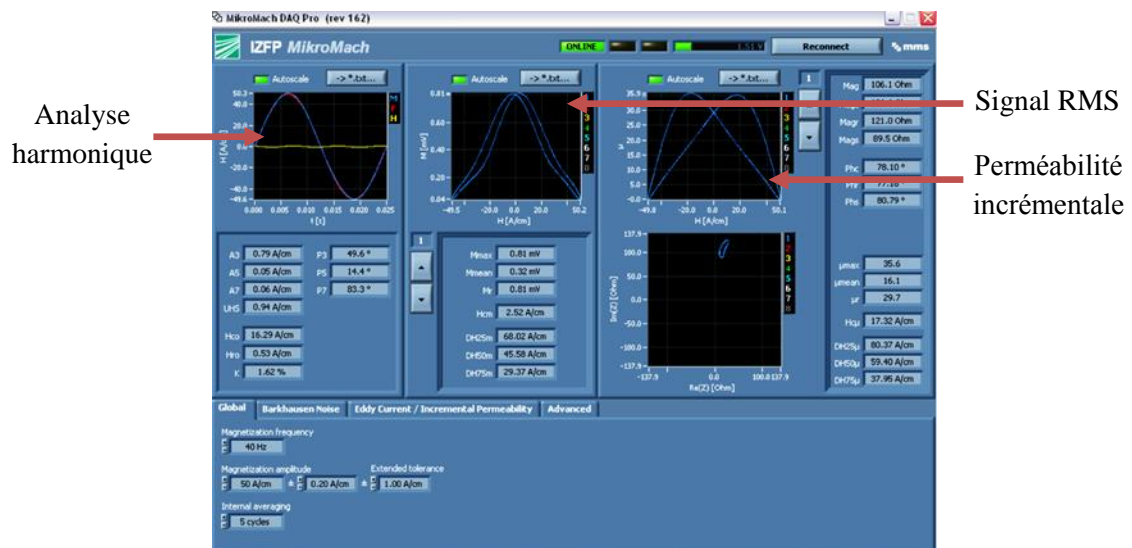


Figure 3.19 - Signaux acquis par le MikroMach

Conclusion

Au cours de ce chapitre on a présenté toutes les étapes principales de notre procédure expérimentale pour la caractérisation microstructurale de la nuance X70 commencent par le découpage des échantillons ensuite présenter les démarches pour la préparation des différents microstructures dual phase à l'aide des traitements thermiques. Ensuite, une analyse métallographique au microscope optique et au MEB et des mesures de dureté ainsi que des mesures par bruit Barkhausen, et par voie de conséquence étudier l'influence du changement microstructurale sur le bruit Barkhausen.

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.

Chapitre 4

Résultats et interprétations

Introduction

Dans ce chapitre, nous allons présenter et interpréter les résultats obtenus par la méthode de mesure par bruit Barkhausen pour la caractérisation microstructurale sur un acier micro-allié au manganèse de grade X70 en utilisant le capteur magnétique MikroMach. Notre étude est principalement basée sur l'influence du traitement thermique sur la microstructure et la dureté des aciers dual phases. Les mesures sont réalisées sur différents états métallurgiques suivant des traitements thermiques réalisés au laboratoire, puis nous comparons et interprétons les résultats obtenus.

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 4.1.

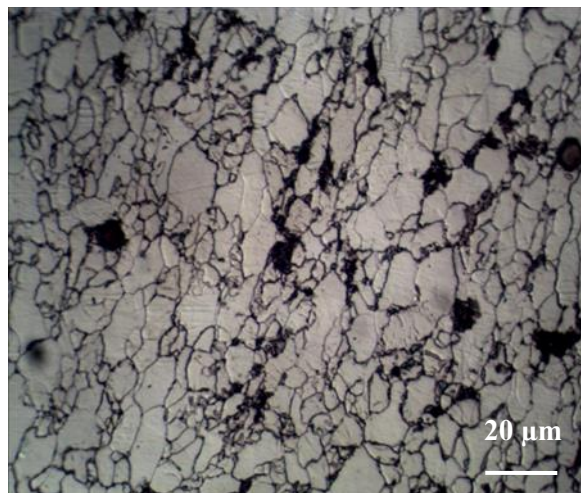


Figure 4.1 - Micrographie optique de l'acier X70 à l'état initial

1. Traitement d'austénitisation

1.1. Caractérisation microstructurale : Effet de la température d'austénitisation sur la microstructure

Les microstructures observées par microscopie optique, en fonction des différentes températures d'austénitisation pour l'acier X70 sont montrées dans la figure 4.2. A basse température d'austénitisation (900 °C), la microstructure de l'acier est formée de ferrite polygonale et de perlite (figure 4.2.a). Après une austénitisation à 1000 °C, la microstructure garde toujours la forme polygonale de la ferrite, mais nous assistons au grossissement des grains ferritique (figure 4.2.b). Après austénitisation à 1100 °C, la microstructure présente deux régions distinctes ferrite /perlite et perlite/ferrite aciculaire (figure 4.2.c). Cependant, après austénitisation à 1200 °C, la ferrite perd son caractère polygonal et présente une ferrite complètement aciculaire, indiqué dans la figure 4.3. La ferrite aciculaire se présente sous forme d'aiguilles enchevêtrées adoptant différentes orientations cristallographiques à l'intérieur des grains austénitiques.

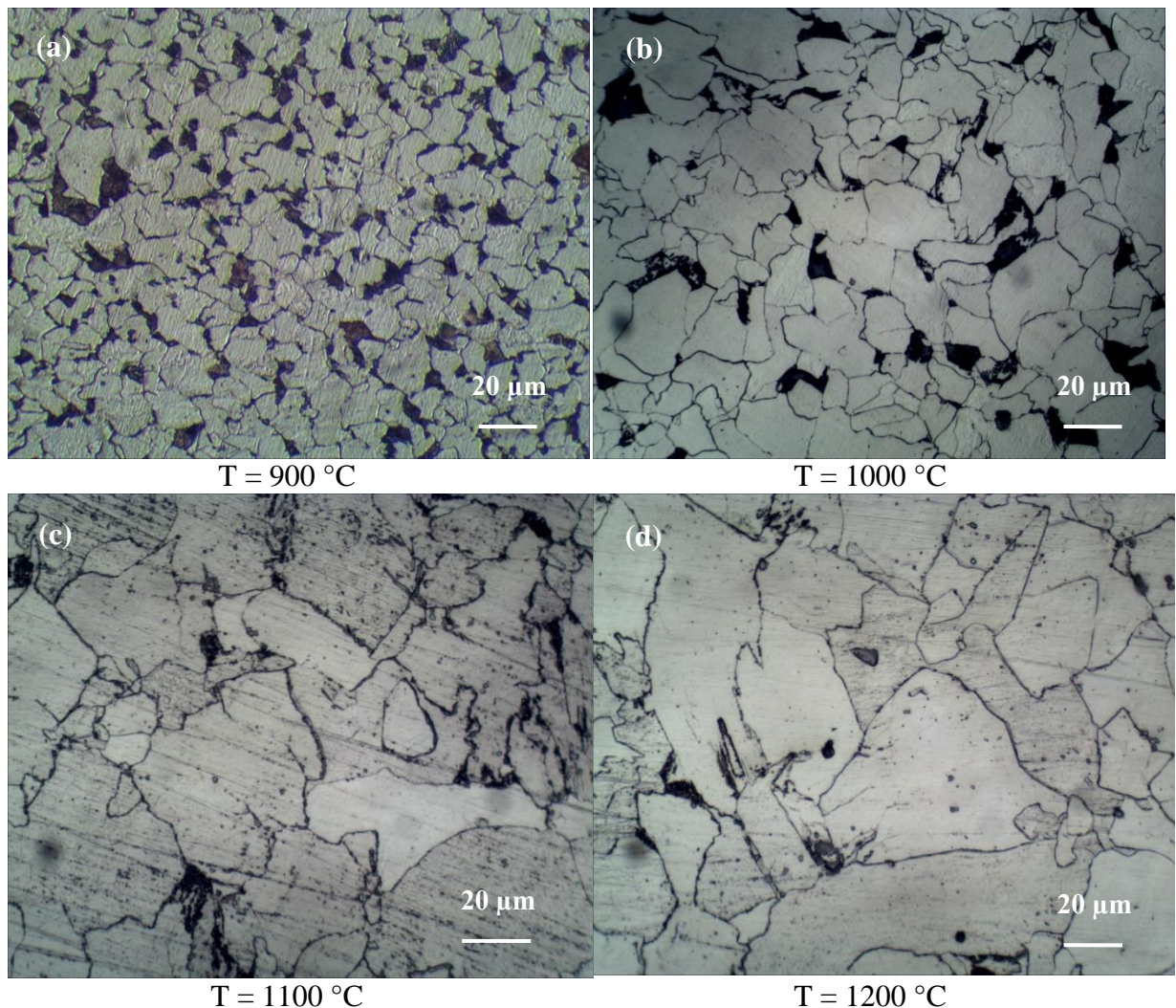


Figure 4.2 - Micrographie optique de l'acier X70 à différentes températures d'austénitisation

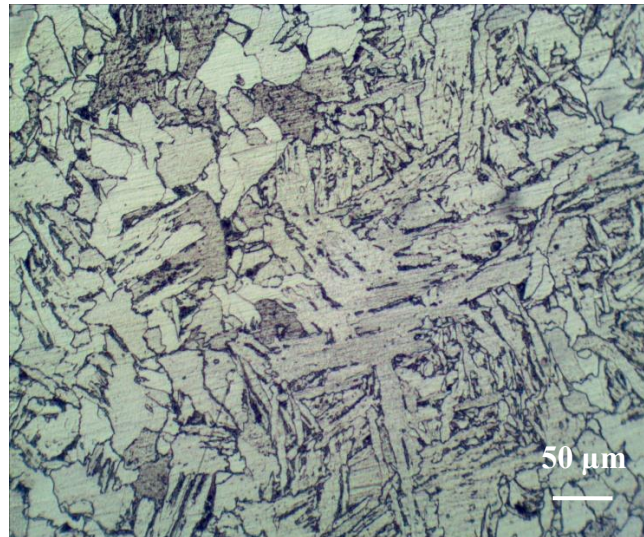


Figure 4.3 - Micrographie optique de l'acier X70 à température d'austénitisation
T = 1200 °C avec grand grossissement

Les aiguilles de la ferrite aciculaire se développent plutôt entièrement à l'intérieur des grains austénitiques, en prenant naissance sur des inclusions non métalliques [GRE 97, YAN 91]. Les aiguilles de ferrite aciculaire servent ensuite de sites de germination pour d'autres aiguilles. Il est bien établi que les conditions d'austénitisation (température, temps) ainsi que la composition chimique de l'acier influencent la taille des grains austénitiques [ALO 07]. La taille des grains austénitiques influence directement la formation de la ferrite aciculaire. Plus la taille des grains austénitiques est importante plus la densité de sites de germination intragranulaires est élevée, favorisant de ce fait la formation de la ferrite aciculaire [GRE 97, YAN 91, ALO 07]. La microstructure de cette ferrite aciculaire a suscité un grand intérêt car elle est à l'origine de propriétés exceptionnelles de résistance mécanique et de ténacité des tôles soudées en aciers micro alliés [WU 04].

1.2. Mesure de dureté : Evolution de la dureté H_V en fonction de la température d'austénitisation

L'évolution de la dureté mécanique H_V en fonction des températures d'austénitisation pour l'acier X70 est donnée par la figure 4.4. A partir d'une austénitisation à 1000 °C, On constate une augmentation brusque de la dureté jusqu'à 1200 °C. L'augmentation brusque de la dureté de cet acier après une austénitisation de 1000 °C peut être attribuée à la variation de la microstructure de la ferrite polygonale à la ferrite aciculaire pour le traitement d'austénitisation à partir de 1000 °C. La présence de la ferrite aciculaire a un plus grand effet sur la dureté et compense plus la diminution due à l'augmentation de la taille du grain. Normalement, on s'attend à ce que la dureté diminue avec l'augmentation de la température d'austénitisation due à la coalescence du grain austénitique. Mais au contraire, la présence du Niobium et du vanadium sous forme de carbure dans l'acier a comme conséquence une augmentation de la contrainte pour les températures d'austénitisation élevées. Pour ce type d'acier, le durcissement par précipitation l'emporte sur le durcissement par affinement de grain.

De là on peut déduire l'existence d'une relation linéaire proportionnelle entre la dureté mécanique H_V et la température d'austénitisation pour l'acier X70.

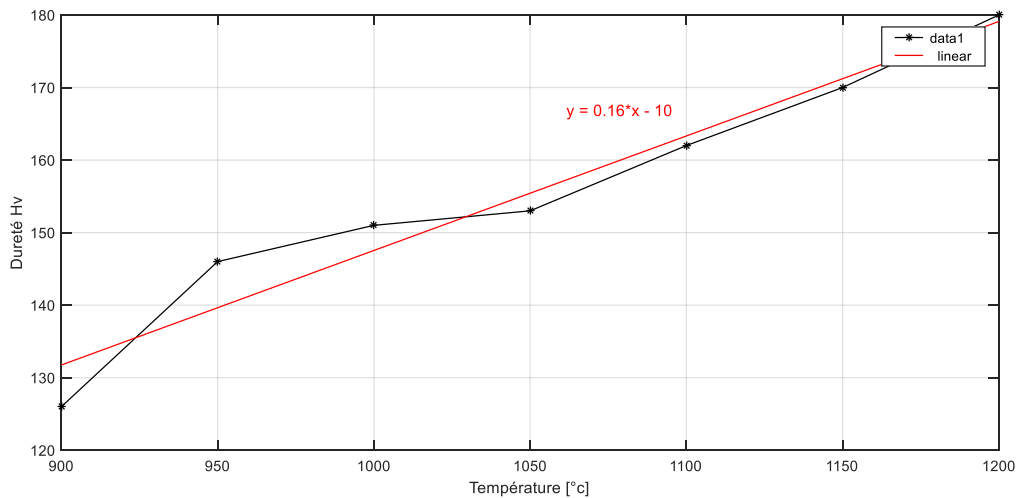


Figure 4.4 - Evolution de la dureté H_V en fonction de la température d'austénitisation

1.3. Mesure par bruit Barkhausen

1.3.1. Analyse harmonique

Des mesures par bruit Barkhausen ont été réalisées sur chacun des échantillons traités et les résultats obtenus sont présentés dans la figure 4.5 qui montre l'analyse harmonique du champ magnétisant à une excitation sinusoïdale.

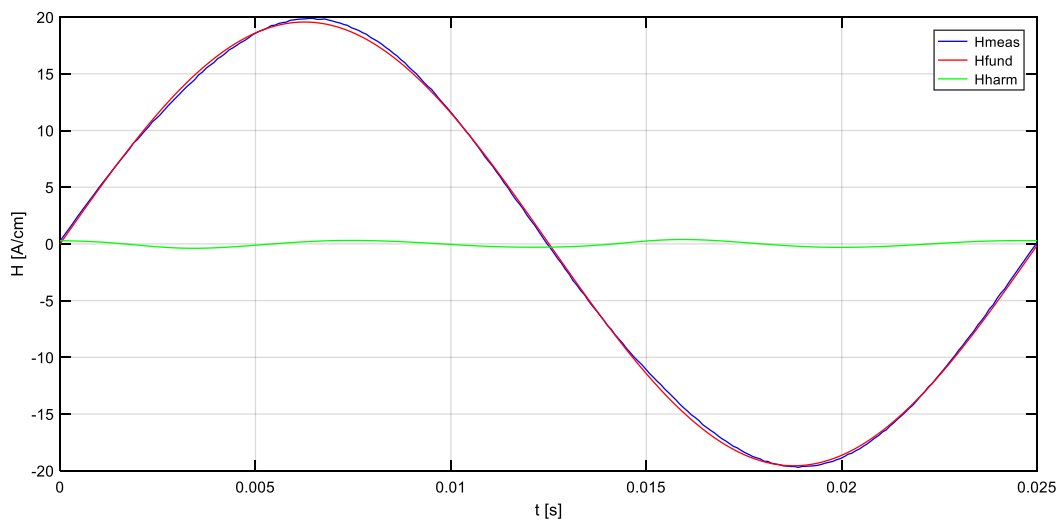


Figure 4.5 - Harmoniques de l'acier X70 traité

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_{meas} et le H_{fund}

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

K : Le facteur de distorsion

Le facteur de distorsion K 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 :

$$K [\%] = 100. \sqrt{\frac{|A_3|^2 + |A_5|^2 + |A_7|^2}{|A_1|^2}}$$

D'après les valeurs du facteur de distorsion K pour les différents matériaux qui sera analysés, on peut constater les aciers qui présentent le cycle d'hystérésis le plus symétrique par rapport aux autres aciers.

1.3.2. Influence de la température d'austénitisation sur le signal RMS

Nous remarquons que les différentes microstructures cristallines présentent des réponses Barkhausen relativement distinctes (figure 4.6) [SAQ 99] met en évidence l'existence de pics RMS bien spécifiques.

Pour faire une comparaison possible entre différents signaux RMS, les conditions doivent être les mêmes. Pour cela, nous fixons la fréquence et l'amplitude de champ magnétisant ($A = 50$ A/cm et $f = 40$ Hz) pour quatre échantillons correspondants aux différentes températures d'austénitisations.

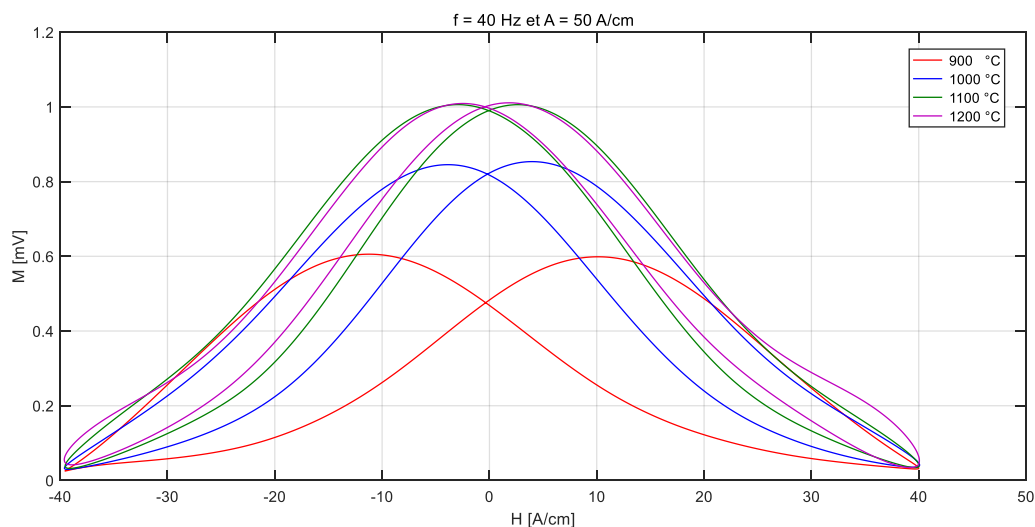


Figure 4.6 - Signal RMS de l'acier X70 traité à différentes températures d'austénitisation

Nous remarquons que le champ coercitif se déplace vers les valeurs inférieures et les pics de tension augmentent, lorsque la température d'austénitisation augmente. Quelques valeurs sont montrées dans le tableau 4.1.

Tableau 4.1 – Valeurs du signal RMS pour des échantillons traités

Echant.	T d'austénitisation	$H_{cm}(A/cm)$	$M_{max}(mV)$
a	900 °C	11.531	0.6757
b	1000 °C	4.120	0.8536
c	1100 °C	3.152	1.0061
d	1200 °C	1.983	1.0110

1.3.3. Evolution du champ coercitif en fonction de la dureté mécanique H_V

L'évolution du champ coercitif H_C en fonction de la dureté H_V réalisées sur des échantillons à différentes températures d'austénitisation. Les résultats obtenus par les sept échantillons sont présentés sur la figure 4.7.

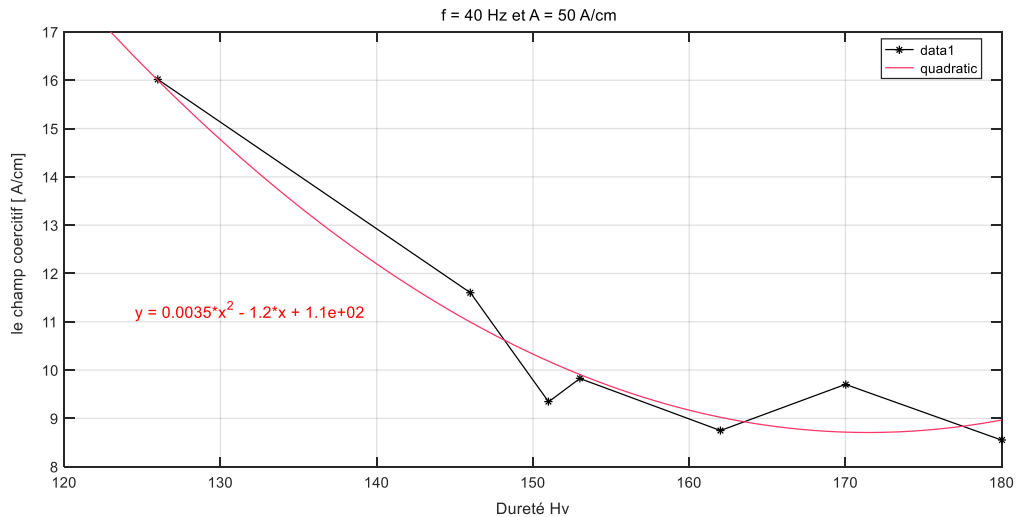


Figure 4.7 - Evolution du champ coercitif H_C en fonction de la dureté H_V

Nous remarquons que le champ coercitif H_C décroît avec l'augmentation de la dureté H_V . Nous interprétons cette décroissance premièrement par l'augmentation de la tailles de grains de ferrite (le diamètre de grains (d) \uparrow) [GAT 91] [SAK 87] qui est dû à l'augmentation des températures d'austénitisation ce qui implique moins de concentration en joints de grains (défauts 2D) dans le matériau donc provoque une augmentation de la perméabilité, qui est nécessairement soumis à un faible champ coercitif H_C (matériau doux) pour annuler l'état d'aimantation à saturation. De là on peut déduire l'existence d'une relation inversement proportionnelle entre la dureté mécanique H_V et la dureté magnétique H_C pour notre acier X70 [ALT 16]. Ce résultat corrobore les travaux de Altpeter et al (2016) qui ont modélisé la relation entre le champ coercitif et la taille des grains par la relation $H_C \sim 1/d$.

Deuxièmement, par la présence des inclusions (défaut 3D) non magnétiques sous forme de carbures dans l'acier X70 (durcissement par précipitation), leur effet dépend de leur nombre et de leur taille. L'effet de ces inclusions est plus important sur les propriétés magnétiques du matériau. Les précipités dont le diamètre est voisin de l'épaisseur de la paroi de Bloch du

matériau sont les plus nocifs, qui provoquent une dégradation progressive des caractéristiques en fonctionnement appelée vieillissement magnétique [NG 03].

1.3.4. Evolution de l'amplitude maximale du signal RMS en fonction de la dureté H_V

L'évolution de l'amplitude maximale du signal RMS en fonction de la dureté H_V à différentes températures d'austénitisation est présentée dans la figure 4.8.

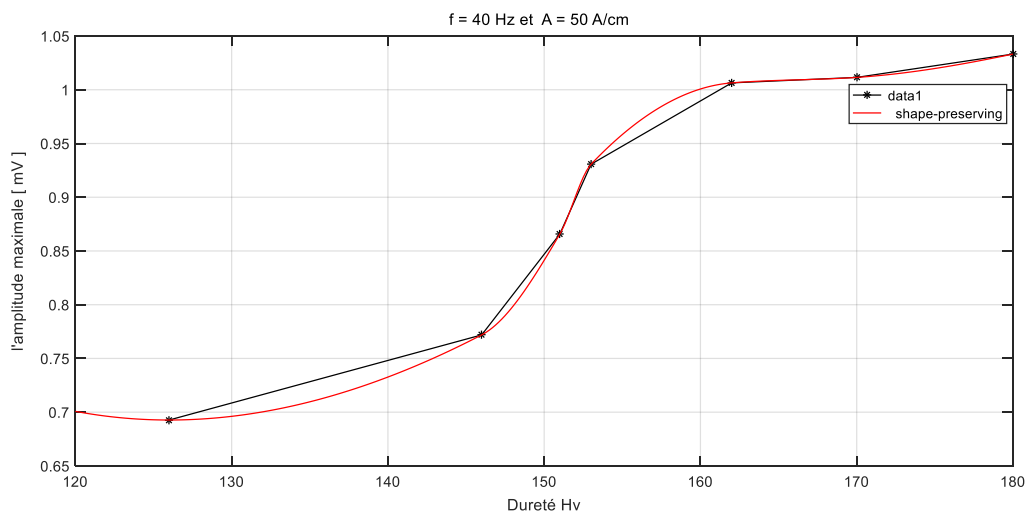


Figure 4.8 - Evolution de l'amplitude maximale M_{\max} de RMS en fonction de la dureté H_V

L'amplitude maximale de la réponse Barkhausen M_{\max} est également influencée par la taille des grains durant le traitement d'austénitisation, on remarque qu'une augmentation de la dureté H_V (taille de grains \uparrow) provoque une augmentation du volume des domaines de Weiss ce qui favorise un large mouvement des parois de Bloch (sauts) et provoque des signaux Barkhausen d'intensité importante et donc plus facilement à détecter.

1.3.5. Influence de la température d'austénitisation sur la perméabilité incrémentale

La figure 4.9 présente les cycles de la perméabilité incrémentale à différentes températures d'austénitisation pour ($A= 50$ A/cm et $f= 40$ Hz).

Nous remarquons que la valeur maximale de la perméabilité incrémentale $\mu_{\Delta\max}$ augmente avec la température d'austénitisation. A partir de ces cycles, nous confirmons aussi le déplacement vers les valeurs inférieures du champ coercitif. Quelques valeurs sont montrées dans le tableau 4.2.

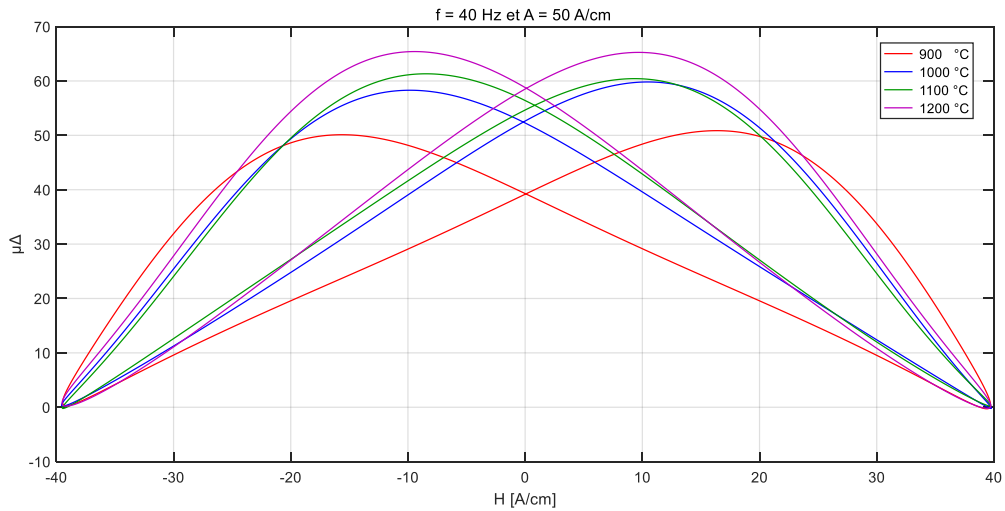


Figure 4.9 - Perméabilité incrémentale μ_{Δ} de l'acier X 70 traités à différentes températures d'austénitisation

Tableau 4.2 - Valeurs obtenue par les cycles de la perméabilité incrémentale pour des échantillons traités

Echant.	T d'austénitisation	$H_{c\mu}$ (A/cm)	$\mu_{\Delta\max}$
a	900 °C	16.100	50.8620
b	1000 °C	11.602	59.8170
c	1100 °C	9.941	61.3170
d	1200 °C	9.371	65.4050

1.3.6. Evolution de la perméabilité incrémentale maximale en fonction de la dureté H_V

La figure 4.10, montre l'évolution de la perméabilité incrémentale maximale $\mu_{\Delta\max}$ en fonction de la dureté H_V à différentes températures d'austénitisations.

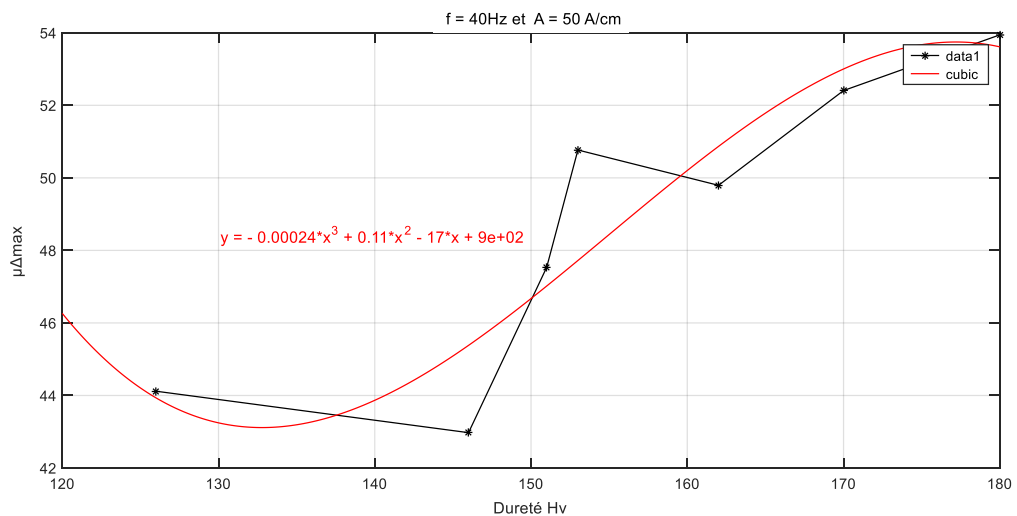


Figure 4.10 - Evolution de la perméabilité incrémentale maximale $\mu_{\Delta\max}$ en fonction de la dureté H_V

La perméabilité incrémentale maximale $\mu_{\Delta\max}$ croît avec l'augmentation de la dureté H_V . Ce phénomène est certainement dû au grossissement des grains des ferrites (figure 4.4) accompagnée directement d'une diminution de la densité des joints de grains. On peut expliquer ce résultat par le fait que les mouvements des parois de Bloch dans les gros grains sont libres, ce qui implique une perméabilité incrémentale élevée. [ARB 16] a montré dans ses travaux l'empêchement des mouvements des parois de Bloch dans les grains fins.

On peut donc prédire qu'il existe une relation de proportionnalité entre la perméabilité incrémentale maximale $\mu_{\Delta\max}$ et la dureté H_V qui peut s'exprimer par une relation proportionnelle des deux grandeurs $\mu_{\Delta\max}=f(1/d)$ (figure 4.10).

1.3.7. Influence de la fréquence de champ magnétisant sur le signal RMS

Pour étudier l'influence de la fréquence sur la réponse Barkhausen RMS, on fixe l'amplitude du champ magnétisant à 50A/cm et on fait varier la fréquence. Les mesures sont réalisées sur l'échantillon traité à 900 °C. Les résultats obtenus sont montrés dans la figure 4.11.

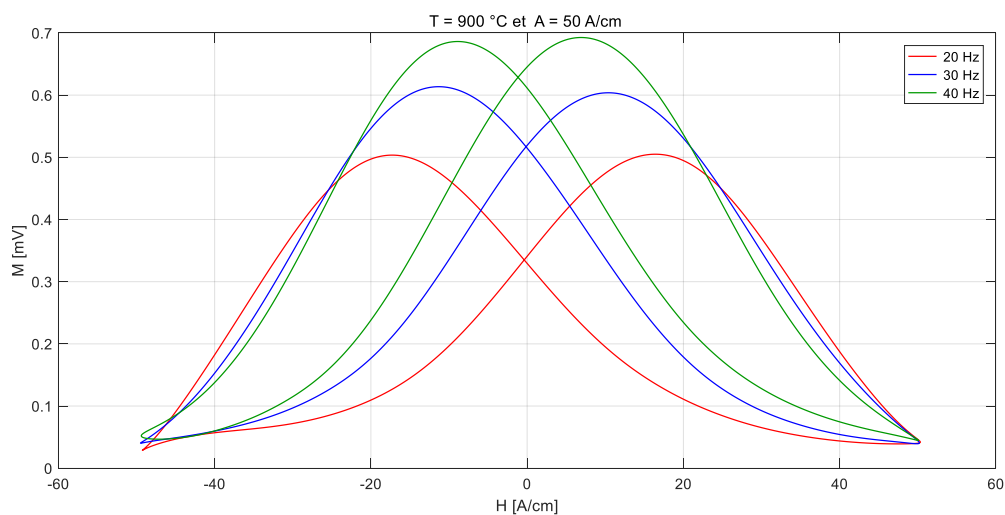


Figure 4.11 - Signal RMS de l'acier X70 traité à 900 °C pour différentes fréquences de champ magnétisant

1.3.8. Evolution de l'amplitude maximale du signal RMS en fonction de la fréquence de champ magnétisant

Avec les mêmes conditions précédentes (§1.3.7), nous prenons les valeurs correspondant à l'amplitude maximale M_{\max} et le champ coercitif H_C pour tous les échantillons ayant subis un traitement d'austénitisation. Les résultats sont présentés sur les figures 4.12 et 4.13.

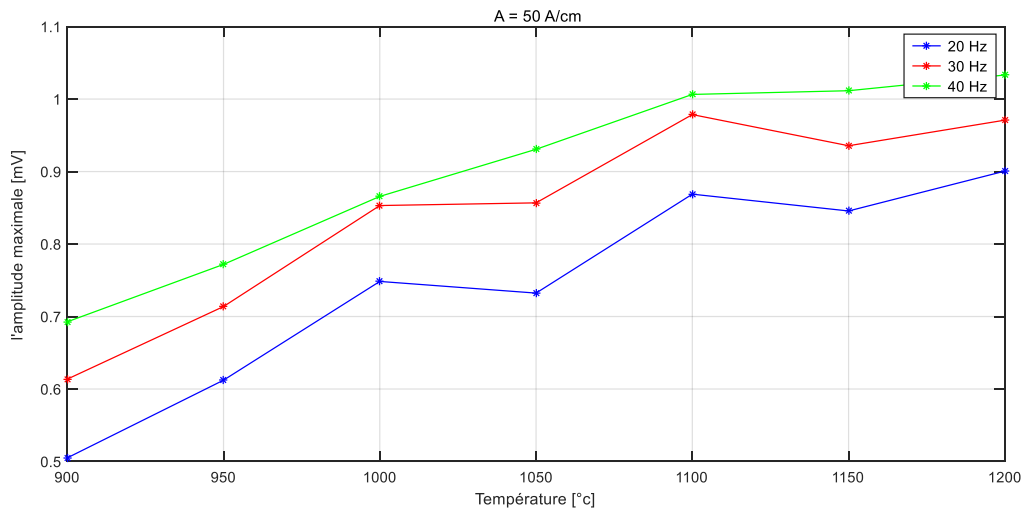


Figure 4.12 - Evolution de l'amplitude maximale M_{\max} du signal RMS en fonction de la température d'austénitisation pour différentes fréquences du champ magnétisant

D'après la figure 4.12, on observe que l'augmentation de la fréquence magnétique influence proportionnellement sur l'amplitude maximale M_{\max} , cette influence est certainement due à la profondeur de pénétration (δ). Les événements magnétiques locaux, par exemple les sauts de paroi de Bloch et les rotations des directions d'aimantation dans les domaines, dissipent l'énergie en induisant des courants de Foucault pulsés dans leur voisinage. Ces impulsions sont relativement large bande, et elles sont amorties suivant une loi exponentielle. Plus la fréquence dans le spectre est élevée, plus l'amortissement est élevé. Par conséquent, la partie à plus haute fréquence ($f_A \uparrow$) le bruit Barkhausen reçu est générée uniquement dans les zones proches de la surface ($\delta \downarrow$), ceci explique les résultats obtenus (figure 4.12), (Theiner et Altpeter, 1987) d'un composant magnétisé (effet Skin). En appliquant le théorème de la réciprocité, la profondeur de pénétration des courants de Foucault standard est définie comme suit [ALT 16] :

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi f_A \sigma \mu}}$$

Tel que :

δ : la profondeur de pénétration

σ : conductivité électrique

f_A : fréquence d'analyse

μ : perméabilité magnétique

Donc, la valeur f_A de la fréquence d'analyse est sélectionnée pour être dans la gamme de fréquence du système de détection. Pour l'acier étudié, f_A est dans l'intervalle [20-40 Hz].

1.3.9. Evolution du champ coercitif en fonction de la fréquence de champ magnétisant

La figure 4.13 montre l'évolution du champ coercitif H_C en fonction de la fréquence de champ magnétisant.

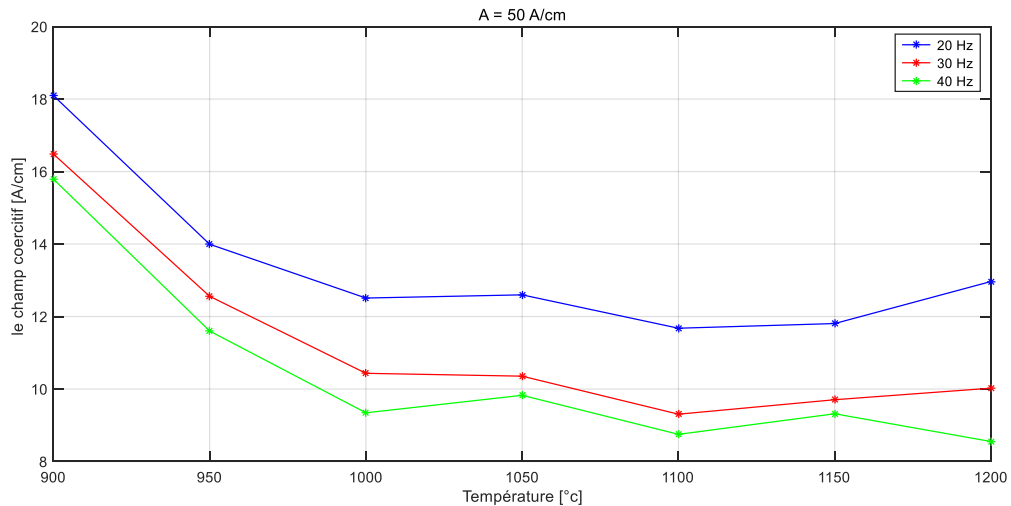


Figure 4.13 - Evolution du champ coercitif H_C en fonction de la température d'austénitisation pour différentes fréquence du champ magnétisant

Nous remarquons que le champ coercitif H_C décroît avec l'augmentation de la fréquence du champ magnétisant, nous expliquons cette décroissance par le fait que le volume inspecté diminue avec l'augmentation de la fréquence due à l'effet de peau et par voie de conséquence le champ coercitif est fonction, outre la nuance et les traitements mécanique et thermique du volume inspecté.

1.3.10. Influence du champ magnétisant sur la perméabilité incrémentale

Pour étudier l'influence du champ magnétisant sur la perméabilité incrémentale, on fixe la fréquence de champ magnétisant à 40 Hz et on fait varier seulement les amplitudes du champ magnétisant, Les mesures sont réalisées sur l'échantillon traité à 900 °C. Les résultats obtenus sont montrés dans la figure 4.14.

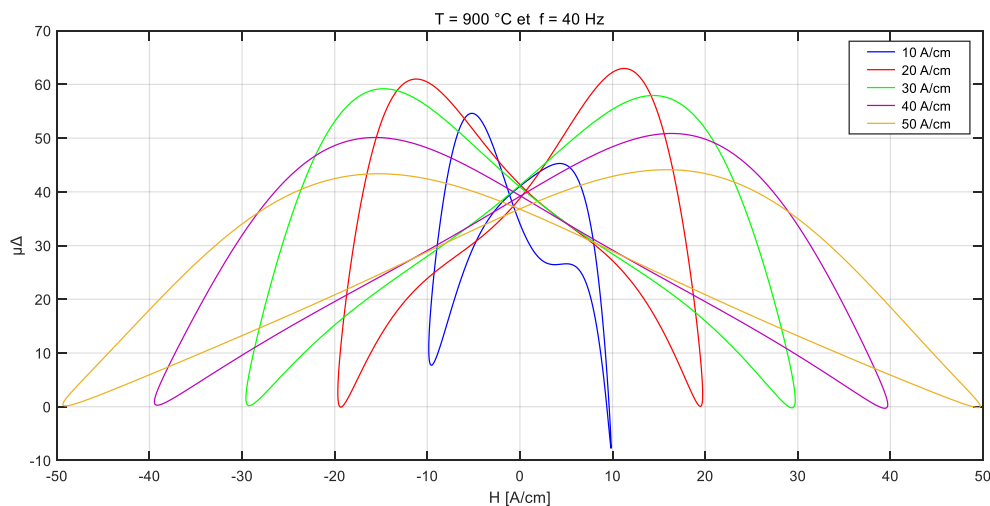


Figure 4.14 - Perméabilité incrémentale μ_{Δ} de l'acier X70 traité à 900 °C pour différentes amplitudes du champ magnétisant

Nous remarquons que la valeur maximale de la perméabilité incrémentale $\mu_{\Delta max}$ diminués avec le champ magnétisant. A partir de ces cycles, nous confirmons aussi le déplacement vers les valeurs supérieures du champ coercitif H_C (H_{Cm}).

1.3.11. Evolution de la perméabilité incrémentale maximale en fonction du champ magnétisant

Avec les mêmes conditions précédentes (§1.3.10), nous prenons les valeurs correspondant aux perméabilités incrémentales maximales $\mu_{\Delta\max}$ pour tous les échantillons ayant subi un traitement d'austénitisation. Les résultats sont présentés sur la figure 4.15.

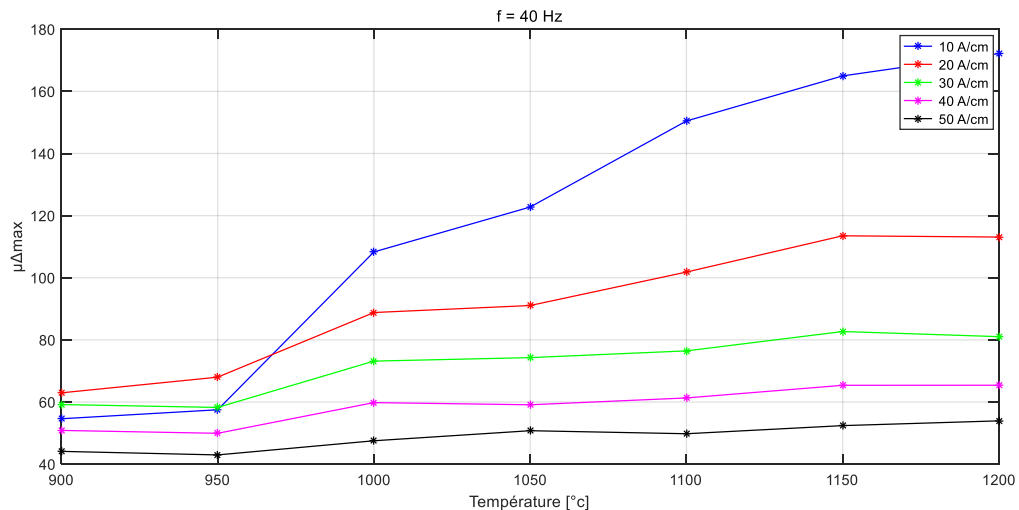


Figure 4.15 - Evolution de la perméabilité incrémentale maximale $\mu_{\Delta\max}$ en fonction de la température d'austénitisation pour différentes valeurs du champ magnétisant

Nous remarquons la décroissance de la valeur maximale de la perméabilité incrémentale en fonction de l'amplitude du champ magnétisant.

2. Traitement dual phase (DQ), (IQ), (SQ)

En général, la substitution de la perlite dans un acier à hauts limites élastiques (HLE) conventionnel par la martensite a comme conséquence une excellente combinaison de résistance/ductilité. Généralement les aciers dual phase martensite ferrite possèdent une ductilité plus élevée (aptitude de mise en forme) que les aciers (HLE) conventionnels à un niveau donné de contrainte. Nous avons développé des structures dual phase (ferrite+martensite) à partir de l'acier X70 de structure ferrite-perlitique en utilisant des différents procédés thermiques (DQ), (IQ) et (SQ), des microstructures dual phase avec une variété de proportions et de morphologies de martensite ont été produites. Dans la section suivante, on décrit en détail les microstructures obtenues, et le comportement mécanique (dureté) des échantillons d'acier.

2.1. Caractérisation microstructurale : Evolution microstructurale des structures dual phase

Les figures 4.16, 4.17, 4.18 montrent les micrographies optiques et par MEB de l'acier X70 soumis aux différents traitements thermiques (DQ), (IQ), (SQ). Il est évident que tous les échantillons ayant subi ces traitements thermiques présentent des microstructures dual phase ferrite-martensite, mais la morphologie, la proportion et la distribution de la phase martensitique varient considérablement en fonction des types de traitement thermique [ERI 14]. La différence de l'état microstructural initial des échantillons avant d'atteindre le domaine

inter-critique ($\alpha+\gamma$) peut être tenu pour responsable des différences observées dans la morphologie et la distribution de la martensite [YUE 12, KRE 11].

2.1.1. Traitement (DQ)

La figure 4.16 montre une structure dual phase, caractérisée par une microstructure qui consiste en une dispersion d'une martensite dure dans une matrice ferritique ductile, obtenue par trempe à l'eau à partir 760 °C. Le chauffage dans le domaine ($\alpha+\gamma$), la ferrite demeure essentiellement inchangée, et la perlite se décompose en austénite riche en carbone. Du moment que la martensite se transforme sans diffusion, elle hérite la quantité du carbone de l'austénite fixée par la température inter-critique. Donc, la fraction volumique de la martensite augmente avec l'augmentation de la température inter-critique. Lorsque la structure initiale (ferrite+perlite) est réchauffée dans le domaine inter-critique, l'austénite germine à l'intérieur des colonies de perlite. Pendant ce temps, l'austénite germine sur les joints de grains de ferrite-ferrite. Par la suite, cette austénite se transforme en îlots de martensite après trempe à l'eau [YUE 12, RUD 11].

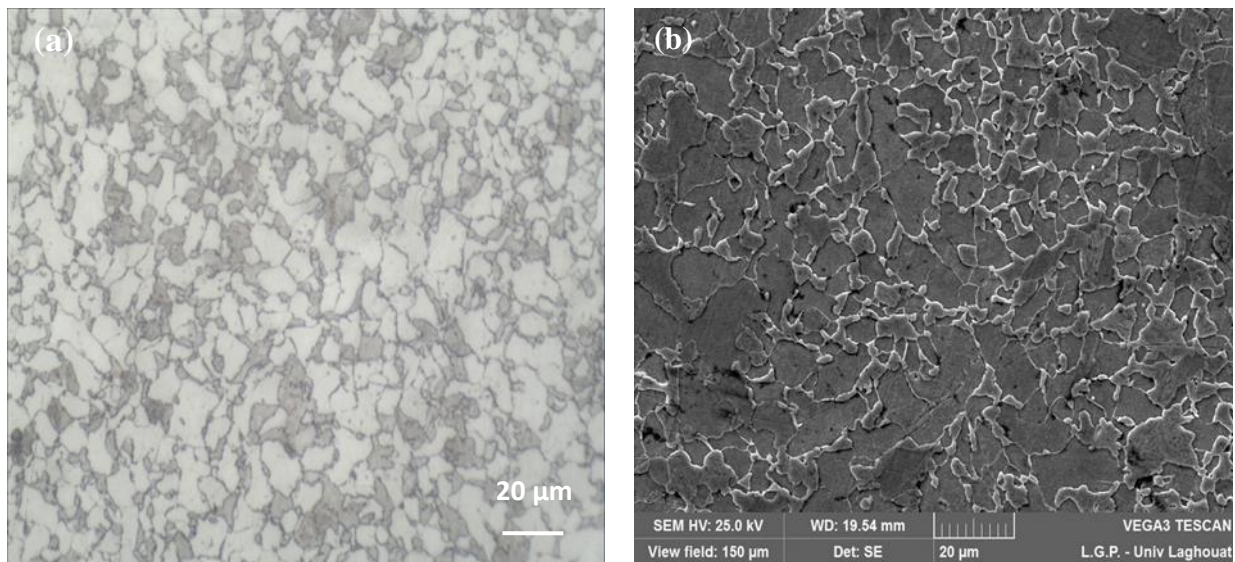


Figure 4.16 - (a) micrographies optiques, (b) micrographies par MEB de l'acier X70 après traitement DQ à 760 °C

2.1.2. Traitement (IQ)

La figure 4.17 montre une microstructure dual phases qui est composé de ferrite polygonale entourée d'un réseau de martensite sombre (Microscopie optique) et lumineuse (MEB), en particulier le long des joints de grains ferrite/ferrite et les points triples de la ferrite. Un certain nombre d'études intéressantes ont révélé que la répartition significative du manganèse entre l'austénite et la ferrites produit pendant le processus de recuit. La concentration du manganèse dans l'austénite contribue essentiellement à la trempabilité de l'acier à proximité de l'interface ferrite-austénite. Le manganèse est considéré comme un élément d'alliage important qui augmente la trempabilité de l'austénite et favorise la formation de la martensite. Pendant le recuit inter-critique, le manganèse dans la ferrite se déplace jusqu'au joint de grain et diffuse dans l'austénite, en formant une zone riche en manganèse au niveau du joint de grain austénitique qui présente une trempabilité plus élevée que celle du

centre de l'austénite. Après trempe à l'eau, le joint de grain riche en manganèse se transforme en martensite [NOU 10].

Le développement de la martensite type réseau (network) que l'on trouve dans la présente étude suit les observations faites par Navara [NAV 86]. Selon Navara, la formation d'austénite (la martensite) est causée par la formation des germes d'austénite dans des régions enrichies au manganèse (Mn) en raison de la diffusion rapide de (Mn) à travers les interfaces ferrite-ferrite

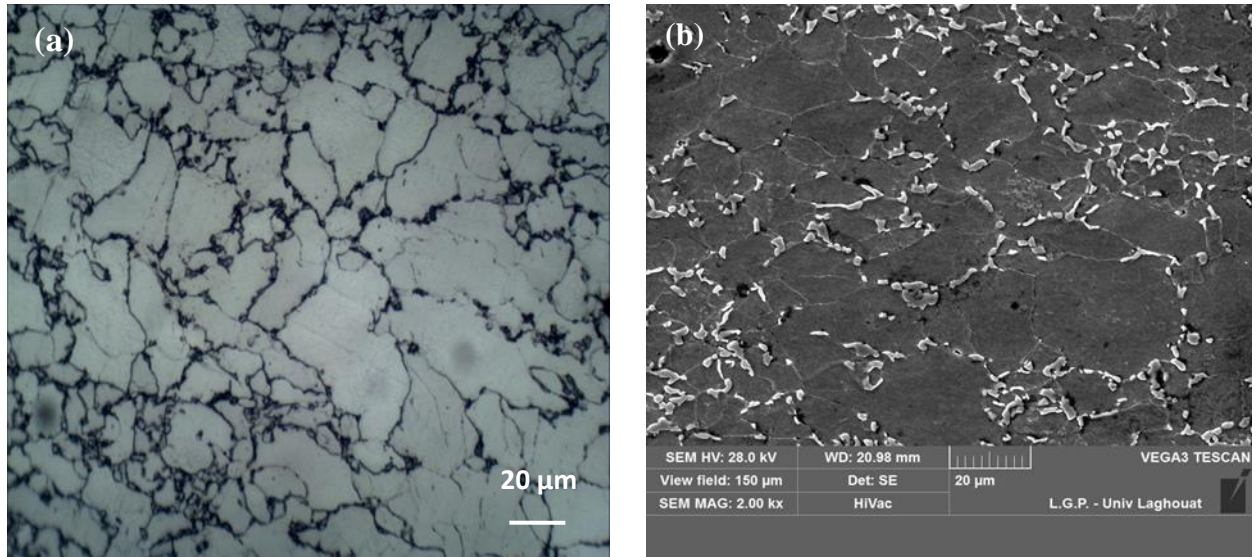


Figure 4.17 - (a) micrographies optiques, **(b)** micrographies par MEB de l'acier X70 après traitement IQ à 760 °C

2.1.3. Traitement (SQ)

La figure 4.18 représente une micrographie optique et par MEB (ferrite+Martensite) de l'acier X70 qui subit du traitement thermique SQ. Cette microstructure présente une morphologie en bande avec une distribution non uniforme des phases. Dans le cas du traitement SQ, la phase initiale avant recuit dans le domaine biphasé est la phase austénite. Selon Thompson et Howell, la structure en bandes apparaît après un refroidissement relativement lent depuis le domaine austénitique [THO 92]. Après refroidissement au four de la température 950 °C jusqu'aux températures inter-critiques dans le domaine ($\alpha+\gamma$), la ferrite germe au niveau des joints de grains de l'austénite et se développe à l'intérieur des grains d'austénite, qui résulte à avoir deux régions distinctes de ferrite et d'austénite [AHM 12, ERD 02]. Offerman et al. Montrent par une analyse à la sonde électronique que la présence de bandes est fortement corrélée à la ségrégation en manganèse [OFF 02].

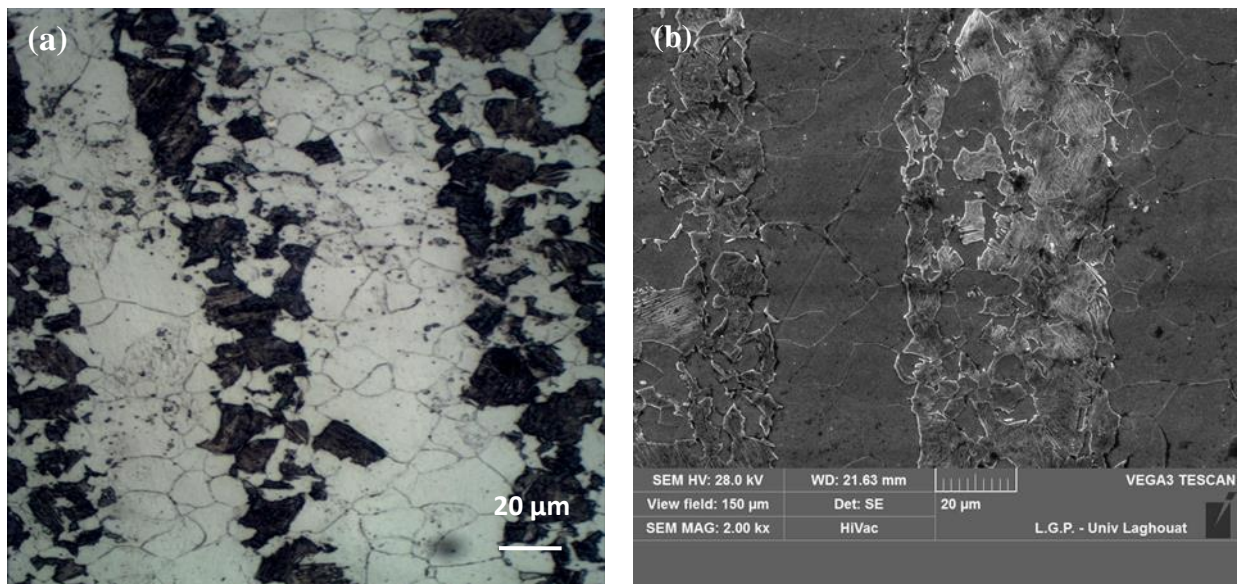


Figure 4.18 - (a) micrographies optiques, (b) micrographies par MEB de l'acier X70 après traitement SQ à 760 °C

Plus la vitesse de refroidissement est faible, plus le carbone a tendance à migrer depuis les zones pauvres vers les zones riches en manganèse. Verhoeven [JOH 00] a développé une théorie largement admise pour expliquer la formation des bandes. L'austénite est plus stable dans les zones riches en manganèse. Lors d'un refroidissement lent, la ferrite germe préférentiellement aux joints triples et aux joints de grains austénitiques situés dans les zones pauvres en manganèse. Lors de la trempe, les régions d'austénite non transformée se transforment en martensite en gardant la même disposition, en conduisant à une microstructure dual phase en bandes alternées entre la ferrite et la martensite après trempe à partir du domaine ($\alpha + \gamma$).

2.2. Mesure de dureté : Evolution de la dureté H_V en fonction de la température inter-critique pour des traitements dual phase

La figure 4.19 montre la variation de la dureté H_V en fonction des températures inter-critiques pour l'acier X70 pour des traitements dual phases. La tendance générale représentée sur ces courbes est que, pour un traitement thermique donnée, la dureté H_V de l'acier dual phases augmente avec la température inter-critique; c'est-à-dire avec l'augmentation de la fraction de volume de la martensite (phase très dure) [KUM 08]. En général, la dureté réalisée sur les aciers dual phases est attribuée à la fraction volumique de la martensitique [BYU 93, OFF 02]. De nos jours, il est largement admis que la fraction volumique de la martensite (MVF), ainsi que la teneur en carbone de la martensite sont des facteurs dominants qui régissent les caractéristiques mécaniques des aciers dual phases [ROS 13, JIA 95]. En outre, plusieurs études antérieures ont montré que également d'autres variables microstructurales, telles que la morphologie et de la distribution de particules de martensite, sont également importants [SAR 07, KAD 11]. Les propriétés de dureté varient de façon significative avec les types de traitement thermique, qui peuvent être attribuées à la différence de morphologies, fraction volumique, et la distribution de la phase martensitique. Une comparaison des propriétés mécaniques entre les échantillons ayant subi des traitements thermiques IQ, DQ et

SQ révèle que l'échantillon ayant subi un traitement thermique DQ affiche des valeurs de dureté nettement plus élevées par rapport aux autres traitements.

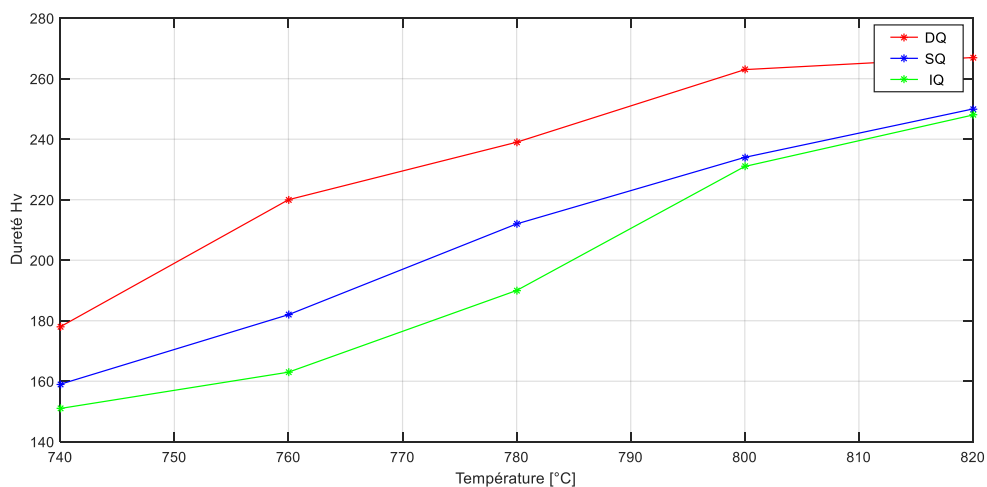


Figure 4.19 - Evolution de la dureté H_V en fonction de la température inter-critique Pour l'acier X70 à différents traitements dual phase

2.3. Mesure par bruit Barkhausen

Des mesures par bruit Barkhausen ont été réalisées sur tous des échantillons traités à des températures inter-critique selon des traitements DQ, IQ et SQ et les résultats obtenus sont présentés comme suit :

2.3.1. Influence du type de traitement dual phase sur le signal RMS

Pour mettre en évidence la comparaison entre différents signaux RMS obtenue par les trois échantillons, qui sont traité à 740 °C selon les traitements DQ, IQ et SQ, les conditions doivent être les mêmes. Pour cela, on a fixé la fréquence et l'amplitude du champ magnétisant ($A= 40A/cm$ et $f= 40Hz$), les résultats montre dans la figure 4.20.

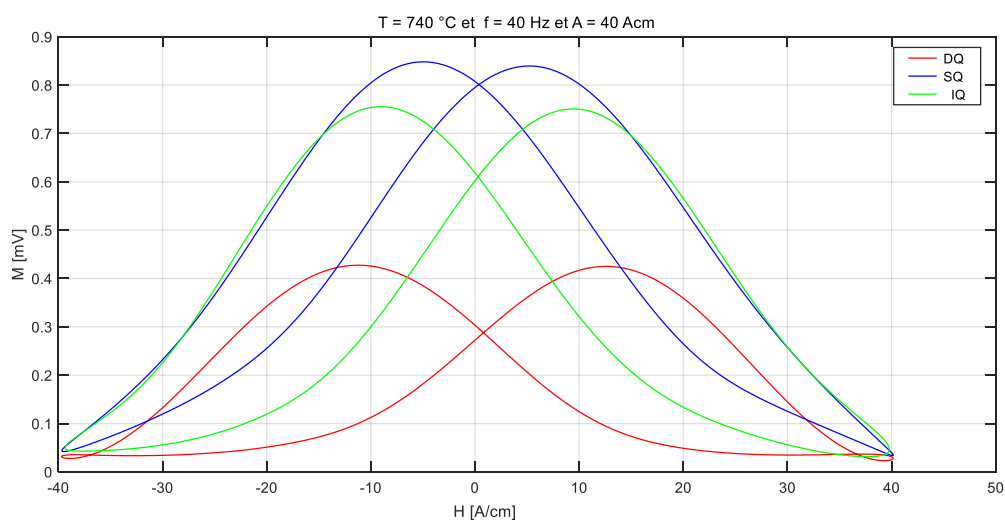


Figure 4.20 - Influence de type de traitements dual phase de l'acier X70 sur le signal RMS

D'après la comparaison nous remarquons que pour chaque type de traitement, il y a un signal spécifique.

Pour l'échantillon ayant subi un traitement thermique DQ affiche des valeurs des champ coercitif nettement plus élevé et des valeurs d'amplitudes plus faible par rapport aux autres traitements, et par contre l'échantillon ayant subi un traitement thermique SQ affiche des valeurs des champ coercitif plus faible et un pic d'amplitude de RMS élevé. Les valeurs de quelque propriété magnétique aux pics sont reportées dans le tableau 4.3, cette distinction est due à la différence de morphologies, de fraction volumique de martensite (FVM), et la distribution de la phase martensitique. Donc on peut dire que l'échantillon ayant subi un traitement thermique DQ est dur magnétiquement et l'échantillon ayant subi un traitement thermique SQ est doux magnétiquement. Quelques valeurs sont montrées dans le tableau 4.3.

Tableau 4.3 - Valeurs du signal RMS pour des trois échantillons ayant subis des traitements dual phase à 740 °C

Echantillon	$H_{cm}(A/cm)$	$M_{max}(mV)$
DQ	12.6153	0.4275
IQ	9.0067	0.7553
SQ	5.1950	0.8480

2.3.2. Influence du type de traitements dual phase sur la perméabilité incrémentale

Pour mettre en évidence la comparaison entre différents cycles des perméabilités incrémental obtenue par les trois échantillons, qui sont traité à 740 °C selon les traitements DQ, IQ et SQ, les conditions doivent être les mêmes. Pour cela, on a fixé la fréquence et l'amplitude du champ magnétisant ($A= 40A/cm$ et $f= 40Hz$), les résultats montre dans la figure 4.21.

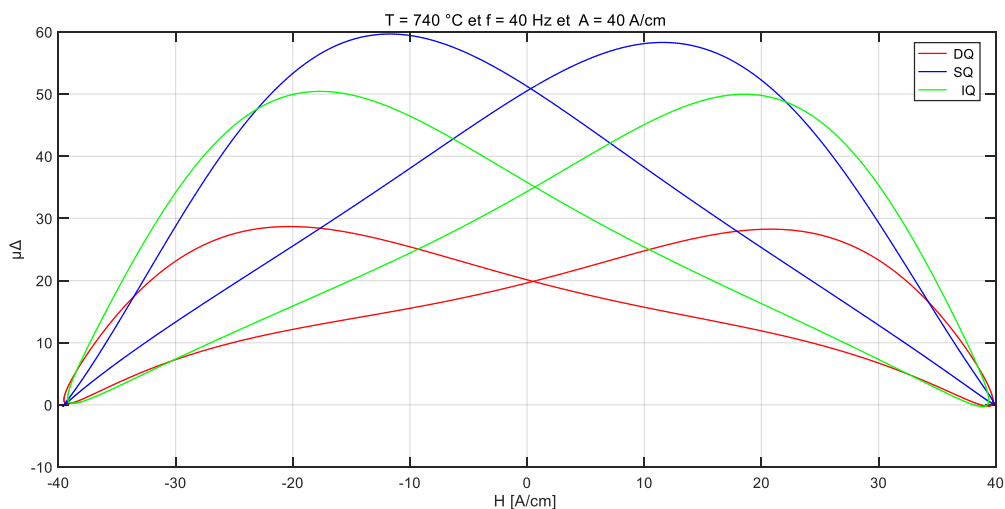


Figure 4.21 - Influence du type de traitements dual phase sur la perméabilité incrémentale de l'acier X70

D'après la comparaison nous remarquons que pour chaque type de traitement, il y a un cycle spécifique. Quelques valeurs sont montrées dans le tableau 4.4.

Tableau 4.4 - Valeurs obtenue par les cycles de la perméabilité incrémentale pour trois échantillons ayant subis des traitements dual phase à 740 °C

Echantillon	$H_{C\mu}$ (A/cm)	$\mu_{\Delta max}$
DQ	20.3560	28.6970
IQ	17.7620	50.4390
SQ	11.6530	59.6650

2.3.3. Evolution du champ coercitif en fonction de la température inter-critique

L'évolution du champ coercitif H_C en fonction de la température inter-critique selon les traitements DQ, IQ et SQ. Les résultats obtenus par les quinze échantillons sont représentés sur la figure 4.22.

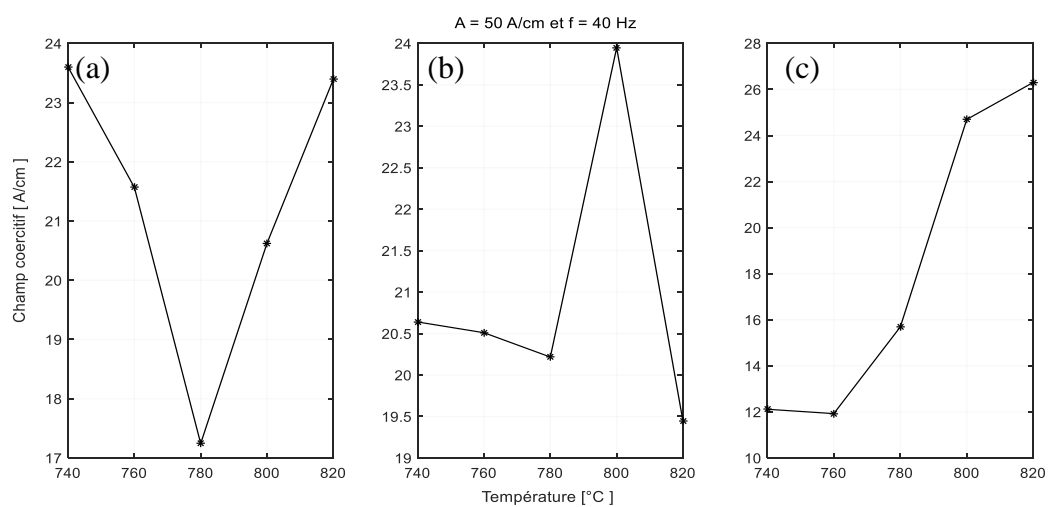


Figure 4.22 - Evolution du champ coercitif H_C en fonction de la température inter-critique pour les traitements DQ (a), IQ (b), SQ (c)

On remarque l'évolution du champ coercitif H_C en fonction de la température inter-critique pour les échantillons ayant subi des traitements thermiques DQ (a) et IQ (b) prend le même comportement dans les échantillons ayant subi un traitement d'austénitisation (figure 4.7), c'est à dire, le champ coercitif H_C décroît avec l'augmentation de la dureté H_V à partir de 740 °C à 780 °C, cette évolution due à la continuation de la transformation martensitique mais à partir 780°C jusqu'à 820°C l'évolution prend une autre sens. Par contre, En ce qui concerne l'échantillon ayant subi un traitement SQ (c) conduire à une augmentation ou une amélioration des propriétés magnétiques de métal dans notre cas.

2.3.4. Evolution de l'amplitude maximale de signal RMS en fonction de la température inter-critique

L'évolution des amplitudes maximales des signaux RMS en fonction de la température inter-critique selon les traitements DQ, IQ et SQ. Les résultats obtenus pour les quinze échantillons sont montrés sur la figure 4.23.

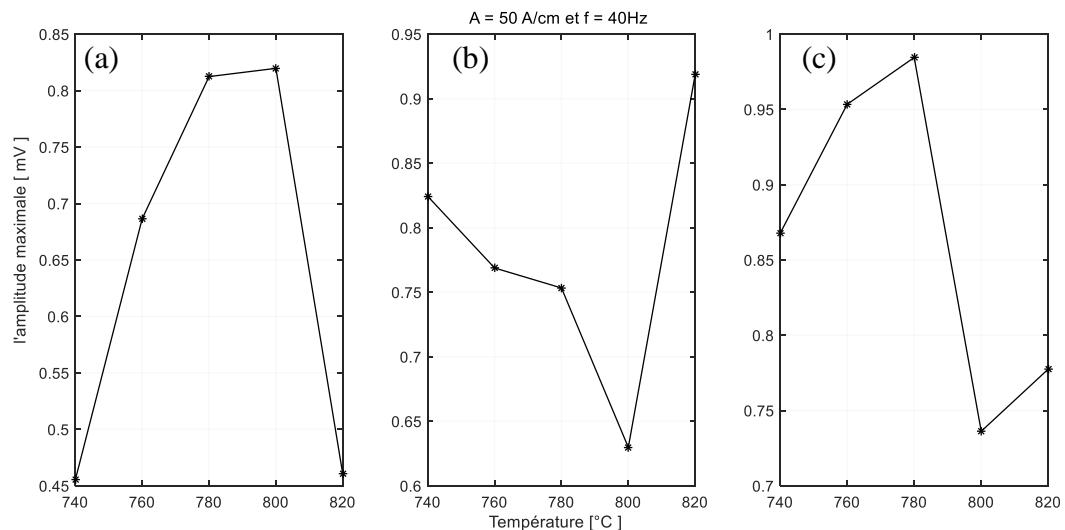


Figure 4.23 - Evolution de l'amplitude maximale M_{max} en fonction de la température inter-critique pour les traitements DQ (a), IQ (b), SQ (c)

À partir de ces figures, nous remarquons que l'évolution de l'amplitude maximale M_{max} en fonction de la température inter-critique pour les échantillons ayant subi des traitements thermiques DQ (a) et SQ (b) prennent la même direction de l'évolution pour les échantillons ayant subi un traitement d'austénitisation (figure 4.8) dans l'intervalle (740 °C – 780 °C), parce qu'ils sont commencés par la même microstructure initiale c'est la phase austénite (γ), et les valeurs de M_{max} de l'échantillon ayant subi un traitement SQ (c) sont plus grandes par rapport aux valeurs de l'échantillon ayant subi un traitement DQ (a). Cela est dû à la variation de la forme, la proportion et la distribution de la phase martensitique, et grâce à l'observation de la micrographie optique, on peut conclure que la microstructure en bande pour l'échantillon ayant subi un traitement SQ (voir la microstructure figure 4.18) favorise un large mouvement des parois de Bloch, donc provoque une intensité importante de signaux Barkhausen, par rapport à une microstructure qui consiste en une dispersion d'une martensite dans une matrice ferritique, (voir la microstructure figure 4.16), qui bloque les mouvements des parois de Bloch.

Pour le traitement thermique IQ (b), l'augmentation de la température du traitement accompagnée d'une diminution de M_{max} , due à leur microstructure initiale des échantillons qui est une phase martensitique, avant d'arriver au domaine inter-critique ($\alpha+\gamma$).

- La microstructure initiale de l'échantillon avant d'atteindre le domaine inter-critique ($\alpha+\gamma$), joue un rôle majeur dans la détermination des propriétés magnétiques et mécaniques du métal.

- La morphologie, la proportion et la distribution de la phase martensitique varient considérablement en fonction des types de traitement thermique, et cette variation joue aussi un rôle important dans la détermination des propriétés magnétiques et mécaniques du métal.

2.3.5. Evolution de la perméabilité incrémentale maximale en fonction de la température inter-critique

L'évolution de la perméabilité incrémentale maximale en fonction de la température inter-critique pour les traitements thermiques DQ, IQ, SQ sont présentées dans la figure 4.24.

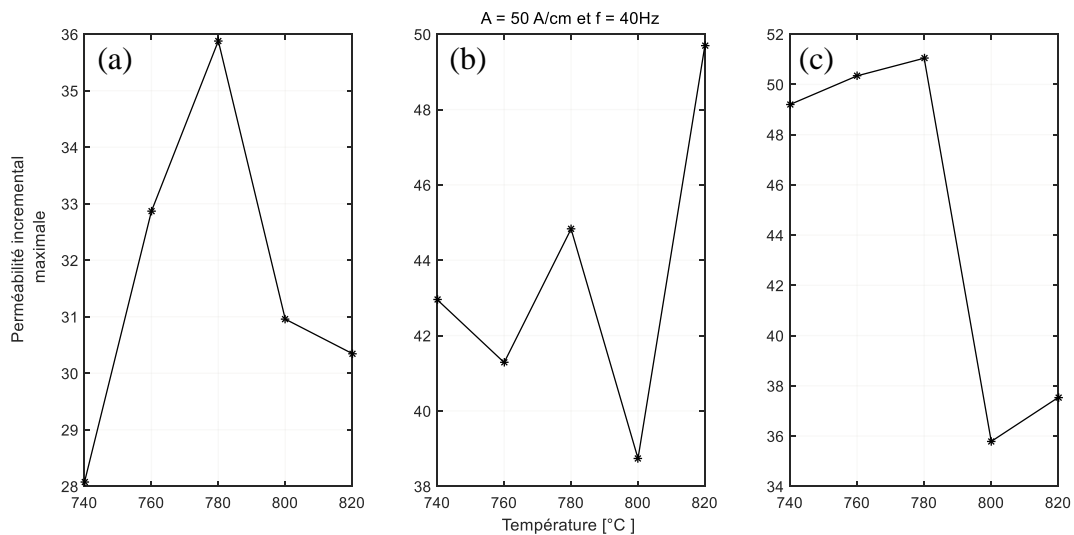


Figure 4.24 - Evolution de la perméabilité incrémentale maximale $\mu_{\Delta\max}$ en fonction de la température inter-critique pour les traitements DQ (a), IQ (b), SQ (c)

On remarque que l'évolution de la perméabilité incrémentale maximale en fonction de la température inter-critique pour les échantillons ayant subi des traitements thermiques DQ (a) et SQ (c) prend le même comportement dans les échantillons ayant subi un traitement d'austénitisation, c'est à dire, la perméabilité incrémentale maximale $\mu_{\Delta\max}$ croît avec l'augmentation de la dureté H_v . Ce phénomène est certainement dû au grossissement des grains des ferrites seulement dans l'intervalle (740 °C – 780 °C).

L'échantillon ayant subi un traitement SQ (c), prend des valeurs plus élevées de la perméabilité incrémentale que l'échantillon ayant subi un traitement DQ (a). Ceci est dû à la présence d'un grand volume des joints des grains dans l'échantillon ayant subi un traitement DQ (voir la microstructure figure 4.16), qui est inférieure dans l'échantillon ayant subi un traitement SQ (voir la microstructure figure 4.18), ce qui conduit à la prolifération de ce dernier pour empêcher le mouvement des parois de Bloch, occasionnant la réduction de la valeur de la perméabilité magnétique.

Par contre l'augmentation de la température du traitement thermique IQ (b) induit une diminution de la perméabilité incrémentale dans l'intervalle (740 °C – 800 °C)

- On observe que l'évolution de la perméabilité incrémentale à partir 780 °C jusqu'à 800 °C, prend un sens inverse pour tous les traitements thermiques DQ, IQ, SQ.
- Nous pouvons dire qu'il existe une possible relation proportionnelle entre l'amplitude et la perméabilité incrémentale pour les échantillons ayant subi des traitements thermiques DQ, IQ, SQ, ($M_{\max} = \alpha \mu_{\Delta\max}$).

2.3.6. Evolution de l'amplitude maximale du signal RMS en fonction de la fréquence de champ magnétisant pour les traitements dual phase

Pour étudier l'influence de la fréquence sur la réponse Barkhausen RMS, on fixe l'amplitude du champ magnétisant à 50A/cm et on fait varier la fréquence. Les mesures sont réalisées sur tous les échantillons ayant subi un traitement dual phase selon les traitements DQ (a), IQ (b), et SQ (c), Les résultats obtenus sont montrés dans la figure 4.25.

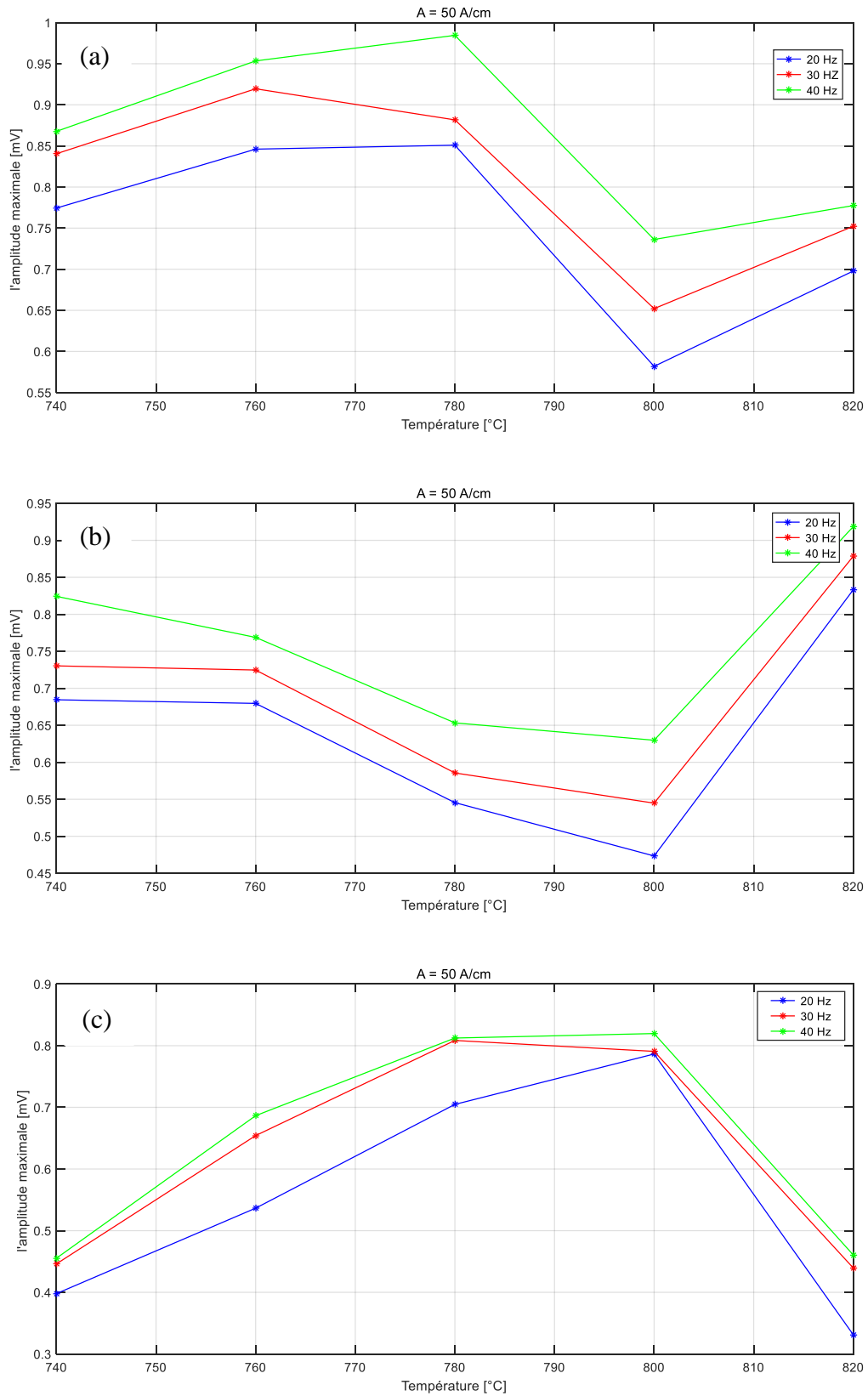


Figure 4.25 - Evolution de l'amplitude maximale M_{\max} du signal RMS en fonction de la température inter-critique pour différentes fréquences de champ magnétisant selon les traitements DQ (a), IQ (b), SQ (c)

Nous confirmons que l'augmentation de la fréquence de champ magnétisant pour tous les traitements dual phase qui ont été réalisés influe d'une façon progressive sur l'amplitude M_{\max} du signal RMS de la même manière dans l'échantillon ayant subi un traitement d'austénitisation (figure 4.12), (§1.3.8).

2.3.7. Evolution de la perméabilité incrémentale maximale en fonction du champ magnétisant pour les traitements dual phase

Pour étudier l'influence du champ magnétisant sur la perméabilité incrémentale maximale, on fixe la fréquence à 40 Hz et on fait varier l'amplitude du champ magnétisant. Les mesures sont réalisées sur tous les échantillons ayant subi un traitement dual phase selon les traitements DQ (a), IQ (b), et SQ (c), Les résultats obtenus sont montrés dans la figure 4.26.

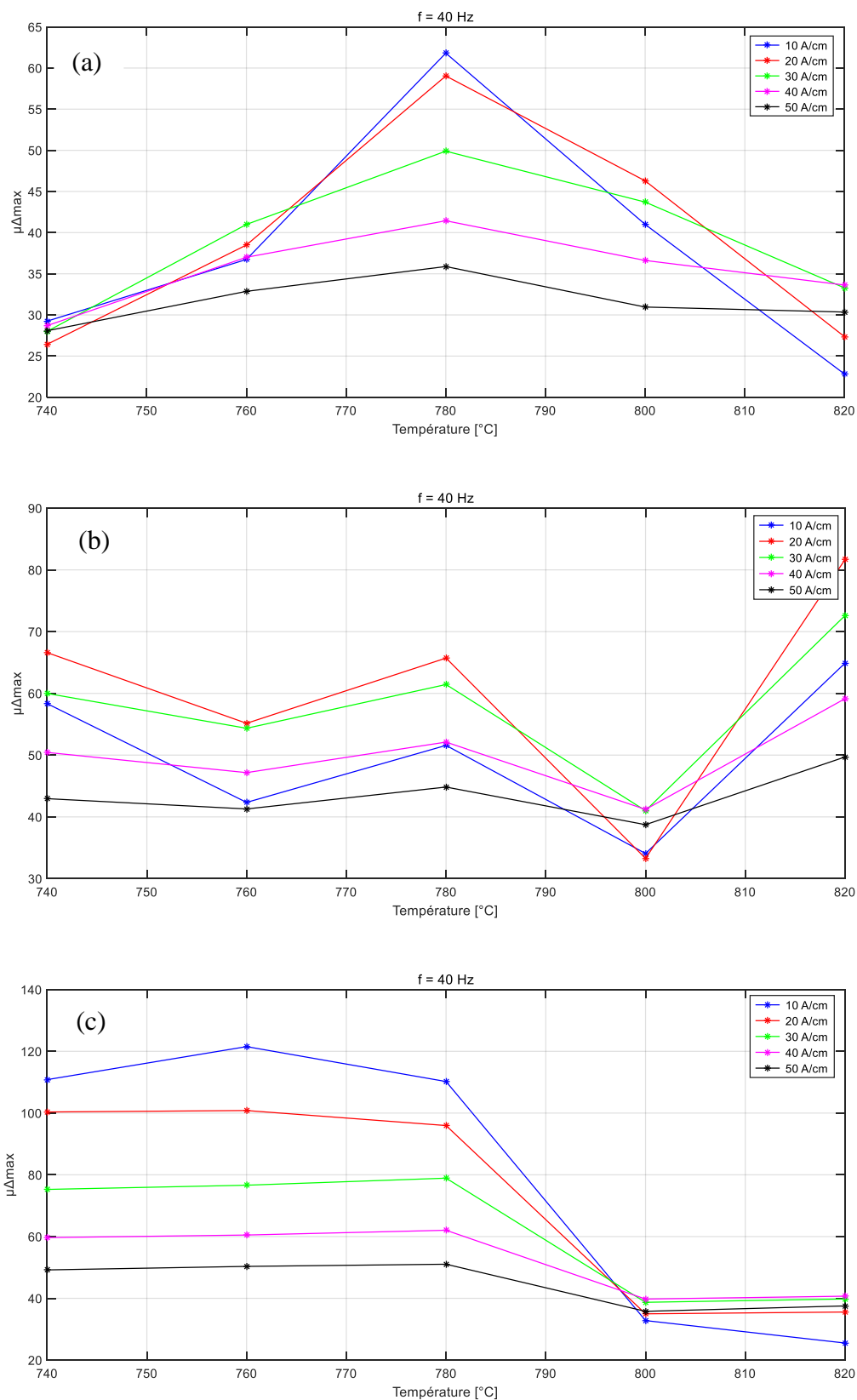


Figure 4.26 - Evolution de la perméabilité incrémentale maximale $\mu_{\Delta\max}$ en fonction de la température inter-critique pour différentes valeurs du champ magnétisant selon les traitements DQ (a), IQ (b), SQ (c)

Nous confirmons que l'augmentation du champ magnétisant selon tous les traitements dual phase qui ont été réalisés tels que DQ (a), IQ (b), SQ (c) influent d'une façon inversement progressive sur la perméabilité incrémentale maximale $\mu_{\Delta\max}$ de la même manière dans l'échantillon ayant subi un traitement d'austénitisation (figure 4.15), (§ 1.3.11).

Conclusion

Dans ce chapitre, nous allons présenter et discuter les résultats obtenues par l'observation microstructurales et par la mesure des duretés et par la mesure de bruit magnétique sur un acier micro-allié au manganèse de norme API 5L de grade X70 utilisé pour le transport par canalisation du pétrole et du gaz. Pour a donné lieu à un très grand nombre d'applications dans le cadre en particulier de contrôles non destructif. Intéressé tous les signaux relatifs au bruit Barkhausen, en l'occurrence le signal RMS, les harmoniques supérieures et la perméabilité incrémentale, effectuées dans le cadre des mesures. Les mesures ont été menées avec le capteur magnétique MikroMach. Après l'enregistrement tous résultats qui sont effectués sur tous l'échantillons traités. Ensuite, par des programmes MATLAB ont tracé les différents signaux.

Après des études d'évaluations paramétriques par les méthodes d'optimisations et d'extrapolations nous confirme la sensibilité de la technique sur la microstructure cristalline dual phase, cette approche nous permet d'avoir une meilleure compréhension de la dépendance du bruit de Barkhausen sur la microstructure cristalline, qui est ensuite utilisée pour expliquer les caractéristiques de bruit Bakhausen observé pour des microstructures plus complexes.

Conclusion générale et perspective

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 changements microstructuraux 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 nous avons accomplis le travail suivant :

- Mise en place d'une méthodologie d'évaluation non destructive pour la classe d'acier étudiée afin de prédire les transformations microstructurales à partir des propriétés magnétiques tirées des mesures par bruit Barkhausen.
- Réalisation d'échantillons d'étalonnage pour le dispositif par bruit Barkhausen.
- Création d'une base de données regroupant les données magnétiques, mécaniques et microstructurales.

Ainsi, nous tirons les conclusions suivantes :

- La microstructure initiale de l'échantillon avant d'atteindre le domaine inter-critique ($\alpha+\gamma$), joue un rôle majeur dans la détermination des propriétés magnétiques et mécaniques du métal.
- La morphologie et la proportion et la distribution de la phase martensitique varient considérablement en fonction des types de traitement thermique et cette variation 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.
- Pour l'acier X70, le durcissement par précipitation l'emporte sur le durcissement par affinement de grain. Ainsi, la composition chimique joue un rôle important dans la sélection des caractéristiques.
- La taille des grains est un paramètre important dans les propriétés magnétiques des aciers.
- Le champ coercitif décroît avec l'augmentation de la taille des grains selon une relation linéaire inversement proportionnelle.
- L'existence d'une relation de proportionnalité entre la perméabilité incrémentale et la dureté mécanique H_V .
- Une augmentation de la dureté et/ou taille de grains 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 relation linéaire inversement proportionnelle entre la dureté magnétique H_C et la dureté mécanique H_V .
- Existe d'une relation de proportionnalité entre l'amplitude du signal RMS et la perméabilité incrémentale pour les traitements dual phase ($M_{\max} = \alpha \mu \Delta$).

Comme perspectives à ce travail, une analyse des contraintes résiduelles par bruit Barkhausen dans l'acier X70 est envisagée afin de corréler ces contraintes avec les signaux bruit Barkhausen.

Références bibliographiques

- [BOU 10] Bouzid Rachid, Analyse des propriétés et caractéristiques des aciers des tubes et leurs influences sur la fiabilité des gazoducs. UNIV-Boumerdes, 2010.
- [BEL 12] Bellhcene Tassadit, Etude de la nocivité des défauts dans les canalisations sous environnement hydrogène. pp 70-74, UNIV-Tizi-Ouzou, 2012.
- [HAD 13] Hadjouoi Fathi, Etude du comportement en fatigue des aciers pour pipelines à différents grades UNIV-Tlemcen, 2013.
- [MEB 12] A. Mebrek et M. Mokhtari, Analyse expérimentale des caractéristiques mécaniques obtenues dans le sens parallèle et perpendiculaire du laminage des pipelines, grade X42. 3ème Conférence Internationale sur le Soudage, Oran Novembre 2012.
- [MAH 06] Maher Shaira, Caractérisation non destructive de la transformation martensitique de l'acier 304L induit par déformation cyclique. L'INZA de Lyon, 2006.
- [SOU 02] Soultan Malloum. Approche du bruit magnéto mécanique, application au suivi de la fatigue en flexion rotative. Mécanique. L'INSA de Lyon, 2002.
- [GUE 08] Guedri Abdelmoumene, Conception et simulation numérique des caractéristiques mécaniques des pipelines UNIV-Annaba, 2008.
- [HAD 15] M.Hadj Mellani, O. Bouledroua, M. Ouled Mbereick, Qualification d'un Acier API 5L X70 : Etude Expérimentale et Validation Numérique, Nature & Technology Chlef, Algeria, 2015.
- [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'INZA de Lyon, 2007.
- [KEV 16] Kevin Mcmeekin. Mesure d'hystérésis magnétique volumique de l'acier 4340 en fonction de la température. Ecole polytechnique-Montréal, 2016.
- [VIC 03] Victoria Anne Yerdley, Magnetic Detection of Microstructural change in Power Plant Steels. Emmanuel College, 2003.
- [CHE 11] Cherif Salma, Modélisation électromagnétique de système multi capteurs-pièces a défauts complexes pour le contrôle non destructeur Par courants de foucault. UNIV-Tizi-Ouzou, 2011.
- [GAB 12] Gabi Yasmine. Modélisation FEM du système de contrôle non destructif 3MA en ligne de production des aciers dual phase. Electromagnétisme. UNIV-Grenoble, Français, 2012.

- [SAQ 99] O. Saquet, J. Chicois, A. Vincent, Barkhausen noise from plain carbon steels: Analysis of the influence of microstructure, Groupe d'Etudes de Métallurgie Physique et Physique des Matériaux (GEMPPM, UMR CNRS 5510). L'INSA de Lyon, 1999.
- [ALT 16] I. Altpeter, R. Tschuncky, K. Szielasko, Électromagnétique techniques for materials characterization, Materials Characterization Using Non destructive Evaluation (NDE) Methods, Formerly Fraunhofer Institute for Nondestructive Testing (IZFP), Saarbrücken, Germany, 2016.
- [SEI 15] G. Seiler, P. Kolakowski, P. Starke, C. Boller and J. Holnicki-szulc, Electromagnetics Based Damage Mapping of an Aged Steel Bridge, International Symposium Non-Destructive Testing in Civil Engineering (NDT-CE), Berlin, Germany, 2015.
- [SAA 11] Saarbrücken, Sensor- und geräteunabhängige Kalibrierung elektromagnetischer zerstörungsfreier Prüfverfahren zur praxisorientierten Werkstoff charakterisierung, Universität des Saarlandes, 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.
- [HAD 17] Hadj-Aissa Fatima Zohra, Evaluation des propriétés magnétiques d'un matériau par méthode électromagnétique, UAT-Laghout, 2017.
- [BEN 16] Benyahia Mohammed Yacine, Mesures par bruit Barkhausen en vue de la détermination de l'hystérésis magnétique des matériaux ferromagnétique, UAT-Laghout, 2016.
- [ARB 16] Laure Arbenz. Caractérisation des propriétés électromagnétiques des matériaux magnétiquement doux : application aux roues polaires de machine à griffes. Électromagnétisme. ENSAM, Paris Tech, 2016.
- [LEV 97] Laurent-Patrick LÉVY, livre de Magnétisme et supraconductivité, Inter Éditions-CNRS Éditions, Paris, 1997.
- [HEC 74] C. Heck. Magnetic materials and their applications. Londres: Butterworths. 1974.
- [LEF 05] Lefkaier Ibn Khaldoun, Propriétés magnétiques des matériaux : Aspect macroscopique, Cours de 1ère année de post-graduation, UAT-Laghout, 2005.
- [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.

- [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.
- [BIE 02] Traduit par Franck Biet Hamid Kachkachi Physique des solides, *EDP Sciences*, 17, avenue du Hoggar, BP 112, Parc d'activités de Courtaboeuf, 91944 Les Jllis Cedex A, 2002.
- [ASH 76] Niel W. Ashcroft and N. David Mermin. Édition originale : Solid State Physics, @ Saunders College Publishing, John Wiley & Sons Inc, 1976.
- [NG 03] D.H.L. Ng, K.S. Cho, M.L. Wong, S.L.I. Chan, X.-Y. Ma, C.C.H. Lo, Study of microstructure, mechanical properties, and magnetization process in low carbon steel bars by Barkhausen emission. Elsevier Science, 2003.
- [GAT 98] C. Gatelier-Rothea, J. Chicois, R. Fougères and P. Fleischmann, Characterization of pure iron and (130 p.p.m.) carbon–iron binary alloy by Barkhausen noise measurements: study of the influence of stress and microstructure, Published by Acta Materialia, 1998.
- [SIT 17] Site web ; <https://www.aboutpipelines.com/fr/blogues/les-pipelines-concus-pour-la-securite/> (consulté le 22 août 2017).
- [ALO 14] A. Alouache, A. Naili, M. Mokhtari, M. Zergoug, S. Nefouci. Etude du comportement XC 38 soumis à des contraintes thermique et axiale par les méthodes de contrôle non destructif (C.N.D). Centre de soudage et de contrôle (CSC), Annaba, 2014.
- [KUM 14] Dipesh Kumar Mishra, Thermo-mechanical Processing of API-X60 Grade Pipe Line Steel. A Thesis Master in Technology (Department of Metallurgical and Materials Engineering National Institute of Technology Rourkela-769008.) May. 2014.
- [CLA 18] Bastien Clause. Modélisation des transducteurs électromagnétiques acoustiques (EMAT) pour le contrôle non-destructif (CND) de milieux ferromagnétiques. Mécanique des solides. Université Paris-Saclay, Français. 2018.
- [GHA 14] S.Ghanei, A.SahebAlam, M.Kashefi, M.Mazinani. Non destructive characterization of microstructure and mechanical Properties of intercritically annealed dual-phase steel by magnetic Barkhausen noise technique, Elsevier. 2014.
- [TIT 77] Titto S. On the influence of microstructure on magnetization transitions in steel. Acta Polytechnica Scandinavica Applied Physics Series. 1977.
- [BAR 19] Barkhausen H.G. Zwei mit Hilfe der neuen Verstärker entdeckte Erscheinungen. Phys. Z, 1919.

- [SAK 87] H. Sakamoto, M. Okad, M. Homma. Theoretical analysis of Barkhausen noise in carbon steels. IEEE transactions on Magnetics. 1987.
- [GAT 91] C. Gatelie-Rothea, P. Fleischmann, J.Chicois, R. Fougères. 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. 1991.
- [PIT 90] H. Pitsch .Die Entwicklung und Erprobung der Oberwellenanalyse im Zeitsignal der magnetischen Tangentialfeldstärke als neues Modul des 3MA Ansatzes, Kennziffer 900107-TW, 1990.
- [ZAZ 17] Zaza Abdelfatah. Effet du taux déformation sur la résistance de corrosion d'un acier HSLA X70. UAT-Laghouat, 2017.
- [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 ecomas Thematic Conference on Smart Structures and Materials. SMART. 2015.
- [MAZ 06] Mohammad Mazinani, Deformation and Fracture Behaviour of a low-carbon Dual-Phase steel, these de doctorat, université de Columbia. 2006.
- [AND 05] Victor Andrade Carozzo, Influence du Niobium sur les Microstructures et les Propriétés d'Aciers Multiphasés à Effet TRIP, thèse de doctorat, université de Catholique de Louvain, Belgique. 2005.
- [SPE 81] Speich G.R., Demarest V.A., Miller R.L., Metallurgical Transactions A, pp. 1419-1428, Vol. 12. 1981.
- [KHA 02] Khalid F.A., Materials Science and Engineering A, pp. 281 - 285, Vol. 325 .2002.
- [SOT 99] Soto R., Saikaly W., Bano X., Issartel C., Rigaut G., Charai A., Acta Materialia, pp. 3475 - 3481, Vol. 47. 1999.
- [MIC 05] Brandon Michael Hance, The influence of deformation-induced residual stresses on the post-forming tensile stress/strain behaviour of dual-phase steels. university de Pittsburg (USA). 2005.
- [SPE 81*] Speich G.R. Physical metallurgy of dual-phase steels, Conference on Fundamentals of Dual-Phase Steels, pp. 3-45, Warrendale, Pennsylvania .1981.
- [LIE 02] Liedl U., Traint S., Werner E.A., Computational Materials Science pp. 122-128, Vol. 25. 2002.

- [PIC 92] Pickering F.B. Constitution and Properties of Steels. VCH :, pp. 272 - 284 Weinheim, 1992.
- [ALA 03] AL-Abbasi F.M., Nemes J.A. International Journal of Solids and Structures, pp. 3379-3391, Vol. 40. 2003.
- [ALA 03*] AL-Abbasi F.M., Nemes J.A. International Journal of Solids and Structures, pp. 1449-1465, Vol. 45. 2003.
- [ALA 07] AL-Abbasi F.M., Nemes J.A. Computational Materials Science, pp. 402-415, Vol. 39. 2007.
- [BAY 99] Bayram A., Uguz A., Materials Characterization, pp. 259-269, Vol. 43 1999.
- [BEC 81] J. Becker, E. Hornbogen, Conference Proceedings (Chicago, 1981), R.A. Kot and B.L. Bramfitt, eds., Met. Soc. of AIME, New York, 1981.
- [JIA 92] Z. Jiang Liu J., Lian J., Acta Metallurgica et Materialia, pp. 1587-1597, Vol. 40 (1992).
- [JIA 95] Z. Jiang, Guan Z. Lian J. Materials Science and Engineering A, pp. 55-64, Vol. 190, 1995.
- [MUR 93] G. Murry, Techniques de l'Ingénieur, pp. 1-29, Vol. MB4, M300, 1993.
- [FRA 05] Dominique Francois, Techniques de l'Ingénieur, pp.1-23, Vol. MB1, Dossier M4152, 2005.
- [SOL 98] M. Soler. Etude du vieillissement d'un acier à bake-hardening : évolution des propriétés mécaniques de traction - corrélation avec la microstructure. L'INSA de Lyon, 1998.
- [BAL 81] N. Balliger, K. Gladman, T, Metal Science, pp. 95-108, Vol. 15, 1981.
- [GRE 97] J.M. Gregg, H.K.D.H. Bhadeshia, Acta materialia, pp. 739-748, Vol. 45, 1997.
- [YAN 91] J.R. Yang, H.K.D.H. Bhadeshia, Journal of Materials Science, pp. 839-845, Vol. 26, 1991.
- [ALO 07] K.A. Alograb, D.K. Matlock, ISIJ International, pp. 1034-1041, Vol.47 2007.
- [WU 4] K.M. Wu et al. Materials Characterization Vol. 52, pp. 121–127, 2004.

- [ERI 14] Ersoy Erisir, Oguz Gurkan Bilir, JMEPEG, pp.1055–1061, Vol. 23, 2014.
- [YUE 12] Yueyue Hu, Xiurong Zuo, Rutao Li, Zhazhan Zhang, Materials Research, pp. 317-322, Vol. 15, 2012.
- [KRE 11] Benoit Krebs, Lionel Germain, Alain Hazotte, Mohamed Goune, Journal of Materials Science, pp.7026–7038, Vol. 46, 2011.
- [LOU 17] Loueil lakhdar. Etude de l'influence des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques et électrochimiques du joint soudé d'acier HSLA X70. UNIV-Laghouat, 2017.
- [AHM 12] E. Ahmad, T. Manzoor, M.M.A. Ziai, and N. Hussain, JMEPEG, pp. 382–387, Vol.21, 2012.
- [RUD 11] Rudnizki J, Böttger B, Prah U and Bleck W. Metallurgical and Materials Transactions A, pp. 2516-2525, Vol. 42, 2011.
- [NOU 10] A Nouri, H Saghafian and S Kheirandish. Journal of Iron and Steel Research International, pp.44-50, Vol.17, 2010.
- [NAV 86] E. Navara, B. Bengtsson, Materials Science and Technology, pp. 1196-1201, Vol. 2, 1986.
- [THO 92] Thompson SW, Howell PR., Materials Science and Technology, pp.777-784, Vol.8, 1992.
- [ERD 02] M. Erdogan, Journal of Materials Science, pp. 3623-3630, Vol. 37 (2002).
- [OFF 02] Offerman SE, Van Dijk NH, Rekvelde MT, Sietsma J, Materials Science and Technology, pp. 297-303, Vol.18, 2002.
- [JOH 00] John D. Verhoeven, Journal of Materials Engineering and Performance, pp. 286-296, Vol.9, 2000.
- [KUM 08] A. Kumar, S.B. Singh, K.K. Ray, Materials Science and Engineering A, pp. 270-282, Vol.474, 2008.
- [BYU 93] T.S. Byun, I.S. Kim, Journal of Materials Science, pp. 2923-2632, Vol. 28 1993.
- [ROS 13] G. Rosenberg, I. Sinaiová, L. Juhar, Materials Science and Engineering A 582, pp. 347–358, 2013.
- [SAR 07] M. Sarwar, T. Manzoor, E. Ahmad, N. Hussain, Materials and Design, Vol.28, (2007), pp. 1928–1933.

- [KAD 11] J. Kadkhodapour, S. Schmauder, *Acta Materialia*, pp. 4387–4394, Vol.59, 2011.
- [MAY 11] Noureddine Mayane, Smail Habbaina, Influence de la morphologie de la martensite et sa proportion ainsi que le traitement de revenu sur la microstructure et la dureté des aciers dual-phase X52 et X70, UAT-Laghouat, 2011.
- [TAS 16] Tassi Hocine. L'effet de la déformation plastique dans le domaine ($\alpha+\gamma$) sur les caractéristiques mécaniques et structurales des aciers dual-phases X52 et X70. UAT-Laghouat, 2016.

Table des matières

Table des matières

Introduction générale	01
Chapitre 1 : Magnétisme dans les matériaux ferromagnétiques et la technique de bruit Barkhausen	
Introduction.....	04
1. Origine microscopique du magnétisme.....	04
1.1. Aspect macroscopique du magnétisme.....	04
2. Classement des matériaux selon leur comportement magnétique.....	05
3. Matériaux ferromagnétiques.....	05
3.1. Microstructure ferromagnétique.....	06
3.1.1. Domaines de Weiss et les parois de Bloch.....	06
3.2. Aimantation d'un matériau ferromagnétique.....	07
3.2.1. Courbe de première aimantation.....	07
3.2.2. Cycle d'hystérésis.....	07
3.2.3. Perméabilité magnétique.....	09
4. Systèmes de caractérisation microstructurale des matériaux magnétiques.....	10
4.1. Caractérisation directe.....	10
4.2. Caractérisation indirecte.....	10
5. Mesure par bruit Barkhausen.....	10
5.1. Bruit Barkhausen et son événement élémentaire.....	10
5.2. Influence de la microstructure cristalline.....	11
5.2.1. Influence de la taille de grains.....	12
a) Influence d'orientation des grains.....	12
b) Influence de taille de grains.....	12
5.2.2. Influence des constituants métallurgiques.....	13
a) Influence de nature des phases constituantes.....	13
b) Influence de taux de carbone.....	13
c) Influence d'autres éléments.....	14
5.2.3. Influence des défauts cristallins.....	14
a) Influence des dislocations.....	15
b) Influence des joints de grain.....	15
c) Influence des précipités ou inclusions.....	16
6. Technique de mesure par bruit Barkhausen.....	17
6.1. Chaîne de mesure.....	17
6.1.1. Excitation magnétique.....	18
a) Circuit magnétique.....	18
b) Mesure du champ magnétique appliqué à l'échantillon.....	19
6.1.2. Détection de la réponse magnétique.....	19
6.1.3. Traitements de la réponse magnétique et paramètres de caractérisation.....	19
7. Réponse Barkhausen par le système MikroMach.....	20
7.1. Harmoniques.....	22
7.2. Signal RMS de bruit Barkhausen.....	22
7.3. Perméabilité incrémentale.....	22
Conclusion.....	23
Chapitre 2 : Hauts grades d'aciers pour pipeline	
Introduction.....	25
I. Aciers à hauts grades pour pipeline.....	26
1. Aciers HLE.....	26

II. Aciers HLE dual phase.....	28
1. Généralités sur les aciers dual phase.....	28
2. Production des aciers dual phase.....	29
3. Composition chimique des aciers dual phase et rôle des éléments d'alliage.....	30
4. Microstructure des aciers dual phase.....	30
4.1. Caractéristiques des grains de ferrite.....	32
4.2. Proportion de martensite.....	32
a) Taille et répartition des îlots de martensite.....	33
b) Morphologie des îlots de martensite.....	33
c) Taux du carbone dans la martensite.....	34
5. Propriétés mécaniques typiques des aciers dual phase.....	34
5.1. Absence de palier élastique dans les aciers dual phase.....	37
5.2. Phénomène d'écrouissage.....	38
6. Fabrication des pipelines.....	38
6.1. Tubes soudés.....	39
a) Tubes soudés sous forme spirale.....	39
b) Tubes soudés sous forme longitudinale.....	39
6.2. Tubes réalisés sans soudure.....	40
7. Caractérisation et propriétés mécanique de l'acier grade API 5L X70.....	41
7.1. Composition chimique et Propriétés mécaniques de l'acier grade API 5L X70.....	41
7.2. Microstructure de l'acier grade API 5L X70.....	42
Conclusion.....	42

Chapitre 3 : Matériaux étudiés et techniques expérimentales

Introduction.....	44
1. Matériaux utilisés.....	44
2. Prélèvement des échantillons.....	44
2.1. Découpage.....	44
3. Préparation des échantillons.....	46
3.1. Différents traitements thermiques effectués.....	46
3.1.1. Traitement d'austénitisation.....	47
3.1.2. Développement d'une structure dual phase.....	47
a) Traitement (DQ) : direct quenching.....	48
b) Traitement (IQ) : intermediate quenching.....	48
c) Traitement (SQ) : step quenching.....	49
3.2. Polissage.....	50
3.3. Attaque chimique.....	50
4. Examen métallographique.....	51
4.1. Examen microstructure.....	51
a) Microscopie optique.....	51
b) Microscopie électronique à balayage (MEB).....	51
4.2. Mesures de dureté Hv.....	52
5. Technique de mesure par bruit Barkhausen.....	52
5.1. Dispositif de mesure.....	52
5.2. Procédures expérimentales.....	53
Conclusion.....	55

Chapitre 4 : Résultats et interprétations

Introduction.....	57
1. Traitement d'austénitisation.....	58
1.1. Caractérisation microstructurale : Effet de la température d'austénitisation sur la.....	58

microstructure.....	
1.2. Mesure de dureté : Evolution de la dureté H_V en fonction de la température d'austénitisation	59
1.3. Mesure par bruit Barkhausen.....	60
1.3.1. Analyse harmonique.....	60
1.3.2. Influence de la température d'austénitisation sur le signal RMS.....	61
1.3.3. Evolution du champ coercitif en fonction de la dureté H_V	62
1.3.4. Evolution de l'amplitude maximale du signal RMS en fonction de la dureté H_V	63
1.3.5. Influence de la température d'austénitisation sur la perméabilité incrémentale.....	63
1.3.6. Evolution de la perméabilité incrémentale maximale en fonction de la dureté H_V	64
1.3.7. Influence de la fréquence de champ magnétisant sur le signal RMS.....	65
1.3.8. Evolution de l'amplitude maximale du signal RMS en fonction de la fréquence de champ magnétisant.....	65
1.3.9. Evolution du champ coercitif en fonction de la fréquence de champ magnétisant	66
1.3.10. Influence du champ magnétisant sur la perméabilité incrémentale.....	67
1.3.11. Evolution de la perméabilité incrémentale maximale en fonction du champ magnétisant.....	68
2. Traitement dual phase (DQ), (IQ), (SQ).....	68
2.1. Caractérisation microstructurale : Evolution microstructurale des structures dual phase.....	68
2.1.1. Traitement (DQ)	69
2.1.2. Traitement (IQ)	69
2.1.3. Traitement (SQ)	70
2.2. Mesure de dureté : Evolution de la dureté H_V en fonction de la température inter-critique pour des traitements dual phase.....	71
2.3. Mesure par bruit Barkhausen.....	72
2.3.1. Influence du type de traitement dual phase sur le signal RMS.....	72
2.3.2. Influence du type de traitements dual phase sur la perméabilité incrémentale.....	73
2.3.3. Evolution du champ coercitif en fonction de la température inter-critique.....	74
2.3.4. Evolution de l'amplitude maximale du signal RMS en fonction de la température inter-critique.....	74
2.3.5. Evolution de la perméabilité incrémentale maximale en fonction de la température inter-critique.....	75
2.3.6. Evolution de l'amplitude maximale du signal RMS en fonction de la fréquence de champ magnétisant pour les traitements dual phase.....	76
2.3.7. Evolution de la perméabilité incrémentale maximale en fonction de champ magnétisant pour les traitements dual phase.....	78
Conclusion.....	80
Conclusion générale et perspectives.....	82
Références bibliographiques.....	84

Liste des figures

Figure 1.1 - Représentation schématique de l'origine du moment magnétique d'un atome (cas d'un électron) [ARB 16].....	04
Figure 1.2 - Orientation des moments magnétiques dans le cas d'un matériau ferromagnétique [ELY 17].....	05
Figure 1.3 - Transition ferromagnétisme-paramagnétisme.....	06
Figure 1.4 - Domaines de Weiss et parois de Bloch à 180° [SOU 02].....	07
Figure 1.5 - Comportement magnétique microscopique d'un matériau ferromagnétique sous l'action d'un champ magnétique H.....	07
Figure 1.6 - Cycle d'hystérésis et principaux paramètres.....	08
Figure 1.7 - Cycle d'hystérésis des ferromagnétiques doux et durs.....	08
Figure 1.8 - Représentation de différentes perméabilités [ARB 16, SOU 02].....	09
Figure 1.9 - Mouvement de la paroi de Bloch [BAR 19].....	11
Figure 1.10 - Expérience de Barkhausen [BAR 19].....	11
Figure 1.11 - Cycle d'hystérésis et évolution de la microstructure magnétique [AMA 07].....	11
Figure 1.12 - Evolution du paramètre magnétique M en fonction de la taille de grains d'un acier bas carbone [TIT 77].....	12
Figure 1.13 - Corrélation entre la position du pic de BB et la taille du grain pour différents échantillons d'acier au carbone trempé à 0,2% [NG 03].....	12
Figure 1.14 - Microstructures magnétiques des différents constituants métallurgiques [SOU 02].....	13
Figure 1.15 - Réponses Barkhausen RMS spécifiques des différents états métallurgiques [SAQ 99].....	13
Figure 1.16 - Evolution de la largeur à mi-hauteur et de l'amplitude maximale du MBN en fonction du taux de carbone [NG 03].....	14
Figure 1.17 - Micrographies et propriétés magnétiques d'un acier électrique à grains non orientés [NG 03].....	16
Figure 1.18 - a) Evolution de la surface du pic Barkhausen b) mesure du pouvoir thermoélectrique en fonction du temps de maintien à une température de 250°C après trempé à l'eau d'un fer pur additionné de 400 PPM de carbone à partir de 720°C ; Résultats de C. GATELIER [GAT 98].....	17
Figure 1.19 - Schéma de dispositif de mesure globale [SOU 02, VIC 03].....	17
Figure 1.20 - Circuit magnétique [AMA 07].....	18
Figure 1.21 - Système MikroMach pour la caractérisation électromagnétique [BOL15]	21
Figure 1.22 - Différents signaux obtenu par Le système MikroMach [SAA 11].....	21
Figure 2.1 - Pipelines [HAD 13].....	25
Figure 2.2 - Schéma montré les contraintes s'exerçant sur un pipeline [GUE 08].....	25
Figure 2.3 - Réseau de transport par canalisation.....	26
Figure 2.4 - Evolution des nuances d'aciers des pipelines en tant qu'exemple de développement de l'acier HSLA [KUM 14].....	27
Figure 2.5 - Résistance à la traction et l'allongement total des aciers dual phase comparés à d'autres aciers faiblement alliés [MAZ 06].....	29
Figure 2.6 - Diagramme schématique montrant la production d'un acier dual phase [AND 05].....	29
Figure 2.7 - Structure dual phase obtenue après recuit inter-critique à la température 760 °C [MIC 05].....	31
Figure 2.8 - Micrographie, obtenue en microscopie électronique à transmission,	32

	montrant les dislocations dans l'interface ferrite/martensite [AMA 07]...	
Figure 2.9	- Influence du taux de martensite sur la limite d'élasticité [LIE 02].....	33
Figure 2.10	- Représentation schématique des microstructures biphasées de base [MAZ 06].....	34
Figure 2.11	- Pourcentage de martensite dans un acier DP à 1.5%Mn en fonction de la concentration en carbone et la température inter-critique.....	35
Figure 2.12	- Diagramme Fe-C montrant l'effet de la concentration en carbone dans l'acier et la température inter-critique sur la quantité de l'austénite formée.....	36
Figure 2.13	- Allures des courbes de traction.....	37
Figure 2.14	- Courbe Contrainte-déformation des aciers dual-phase à 1.5 % Mn pour différentes concentration en carbone, chauffés à 760 °C.....	38
Figure 2.15	- De la plaque au tube en acier [BEL 12].....	38
Figure 2.16	- Technique de fabrication des tubes soudés en spirale [ZAZ 17].....	39
Figure 2.17	- Photos de la mise en forme des tubes par le procédé « UOE » [BEL 12]..	40
Figure 2.18	- Obtention des tubes sans soudure [HAD 13].....	41
Figure 2.19	- Microstructure de l'acier X70 dans le sens longitudinal [BEL 12].....	42
Figure 3.1	- Schéma montre le prélèvement de deux types des échantillons.....	45
Figure 3.2	- Différentes étapes de préparation des échantillons.....	45
Figure 3.3	- Schéma montrant les dimensions des échantillons massive.....	46
Figure 3.4	- Four NABERTHER.....	46
Figure 3.5	- Cycle thermique d'austénitisation de l'acier X70.....	47
Figure 3.6	- Trempe à l'air des échantillons traités.....	47
Figure 3.7	- Cycle thermique DQ de l'acier X70.....	48
Figure 3.8	- Trempe à l'eau de l'échantillon traité.....	48
Figure 3.9	- Cycle thermique IQ de l'acier X70.....	49
Figure 3.10	- Cycle thermique SQ de l'acier X70.....	49
Figure 3.11	- Numérotation d'échantillons.....	50
Figure 3.12	- Polisseuse.....	50
Figure 3.13	- Microscope optique LIECA DMLM (Labo LGP Laghouat).....	51
Figure 3.14	- Microscope électronique à balayage (MEB) (Labo LGP Laghouat).....	51
Figure 3.15	- Appareil de mesures de dureté H_V (DML Laghouat).....	52
Figure 3.16	- Dispositif de mesure par bruit Barkhausen (Labo LPM Laghouat).....	52
Figure 3.17	- Capteur MikroMach.....	53
Figure 3.18	- Mesure par MikroMach sur l'échantillon analysé.....	53
Figure 3.19	- Signaux acquis par le MikroMach.....	54
Figure 4.1	- Micrographie optique de l'acier X70 à l'état initial.....	57
Figure 4.2	- Micrographie optique de l'acier X70 à différentes températures d'austénitisation	58
Figure 4.3	- Micrographie optique de l'acier X70 à températures d'austénitisation $T = 1200$ °C avec grand grossissement.....	59
Figure 4.4	- Evolution de la dureté H_V en fonction de la température d'austénitisation...	60
Figure 4.5	- Harmoniques de l'acier X70 traité.....	60
Figure 4.6	- Signal RMS de l'acier X70 traité à différentes températures d'austénitisation.....	61
Figure 4.7	- Evolution du champ coercitif H_C en fonction de la dureté H_V	62
Figure 4.8	- Evolution de l'amplitude maximale M_{max} de RMS en fonction de la dureté H_V	63

Figure 4.9 - Perméabilité incrémentale μ_{Δ} de l'acier X70 traités à différentes températures d'austénitisation.....	64
Figure 4.10 - Evolution de la perméabilité incrémentale maximale $\mu_{\Delta\max}$ en fonction de la dureté H_V	64
Figure 4.11 - Signale RMS de l'acier X70 traité à 900 °C pour différentes fréquences de champ magnétisant.....	65
Figure 4.12 - Evolution de l'amplitude maximale M_{\max} du signal RMS en fonction de la température d'austénitisation pour différentes fréquence du champ magnétisant.....	66
Figure 4.13 - Evolution du champ coercitif H_C en fonction de la température d'austénitisation pour différentes fréquence du champ magnétisant.....	67
Figure 4.14 - Perméabilité incrémentale μ_{Δ} de l'acier X70 traités à 900 °C pour différentes amplitudes magnétisant.....	67
Figure 4.15 - Evolution de la perméabilité incrémentale maximale $\mu_{\Delta\max}$ en fonction de la température d'austénitisation pour différentes valeurs du champ magnétisant.....	68
Figure 4.16 - (a) micrographies optiques, (b) micrographies par MEB de l'acier X70 après traitement DQ à 760 °C.....	69
Figure 4.17 - (a) micrographies optiques, (b) micrographies par MEB de l'acier X70 après traitement IQ à 760 °C.....	70
Figure 4.18 - (a) micrographies optiques, (b) micrographies par MEB de l'acier X70 après traitement SQ à 760 °C.....	71
Figure 4.19 - Evolution de la dureté H_V en fonction de la température inter-critique Pour l'acier X70 à différents traitements dual phases.....	72
Figure 4.20 - Influence de type de traitements dual phase de l'acier X70 sur le signal RMS	72
Figure 4.21 - Influence du type de traitements dual phase sur la perméabilité incrémentale de l'acier X70.....	73
Figure 4.22 - Evolution du champ coercitif H_C en fonction de la température inter-critique pour les traitements DQ (a), IQ (b), SQ (c).....	74
Figure 4.23 - Evolution de l'amplitude maximale M_{\max} en fonction de la température inter-critique pour les traitements DQ (a), IQ (b), SQ (c).....	75
Figure 4.24 - Evolution de la perméabilité incrémentale maximale $\mu_{\Delta\max}$ en fonction de la température inter-critique pour les traitements DQ (a), IQ (b), SQ (c)...	76
Figure 4.25 - Evolution de l'amplitude maximale M_{\max} du signal RMS en fonction de la température inter-critique pour différentes fréquences de champ magnétisant selon les traitements DQ (a), IQ (b), SQ (c).....	77
Figure 4.26 - Evolution de la perméabilité incrémentale maximale $\mu_{\Delta\max}$ en fonction de la température inter-critique pour différentes valeurs du champ magnétisant selon les traitements DQ (a), IQ (b), SQ (c).....	79

Liste des tableaux

Tableau 1.1 - Différentes perméabilités magnétiques [HEC 74].....	09
Tableau 1.2 - Impact des composants sur les propriétés du Fer [ELY 17].....	14
Tableau 1.3 - Différents signaux obtenu par un système de bruit Barkhausen [GAB 12].....	20
Tableau 1.4 - Paramètres obtenus par l'analyse harmonique [PIT 90].....	22
Tableau 1.5 - Paramètres fournie par la mesure de signal RMS de Barkhausen par le système MMS.....	22
Tableau 1.6 - Paramètres qui obtenues d'après le cycle de la perméabilité incrémentale par le système MMS MikroMach [TSC 11].....	23
Tableau 2.1 - Composition chimique (en% en poids) de la gamme d'acier de grade API X60, X70 et X80 [HAD 13].....	27
Tableau 2.2 - Limites maximales et minimales de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction recommandées pour ces différents types d'acier de canalisation par pipeline (Traduit de l'anglais) [CLA 18, KUM 14].....	28
Tableau 2.3 - Rôle métallurgique des principaux éléments dispersoïdes [LOU 17].....	30
Tableau 2.4 - Composition chimique pour analyses de nuance X70 [HAD 15].....	41
Tableau 2.5 - Propriétés mécaniques de l'acier grade API X70 [HAD 15].....	41
Tableau 3.1 - Composition chimique en (% massique) de la gamme d'acier de grade API5LX70.....	44
Tableau 3.2 - Conditions optimisées pour la mesure [CHE 16].....	54
Tableau 4.1 - Valeurs du signal RMS pour des échantillons traités.....	62
Tableau 4.2 - Valeurs obtenue par les cycles de la perméabilité incrémentale pour des échantillons traités.....	64
Tableau 4.3 - Valeurs du signal RMS pour des trois échantillons ayant subis des traitements dual phase à 740 °C.....	73
Tableau 4.4 - Valeurs obtenue par les cycles de la perméabilité incrémentale pour des trois échantillons traités ayant subis des traitements dual phase à 740 °C	74

Résumé

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 électromagnétiques associées aux changements microstructuraux 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. Pour cela, nous avons procédé à partir d'un tube de pipeline en X70 à la découpe de deux types d'échantillons : des petits échantillons pour l'observation métallographique et l'essai de dureté et des échantillons plus grands permettant d'effectuer des mesures par bruit Barkhausen. Puis, trois traitements thermiques ont été effectués sur les différents échantillons, en l'occurrence DQ (Direct Quenching), IQ (Intermediate Quenching), SQ (Step Quenching), afin de développer une structure dual phase (Ferrite+Martensite) avec différentes morphologies et fraction volumique de la phase martensitique. Ensuite, une analyse métallographique au microscope optique et au MEB (Microscopie Electronique à Balayage) et des mesures de dureté ainsi que des mesures par bruit Barkhausen ont été accomplis dans le but de rechercher une éventuelle corrélation entre les signaux bruit Barkhausen et la microstructure de l'acier X70. Cette étude a révélé que le champ coercitif décroît avec l'augmentation de la taille des grains selon une relation linéaire inversement proportionnelle et par voie de conséquence l'existence d'une relation de proportionnalité entre la perméabilité incrémentale et la dureté mécanique H_V . Une augmentation de la dureté et/ou taille de grains provoque une augmentation d'amplitude maximale de la réponse Barkhausen. L'existence d'une relation linéaire inversement proportionnelle entre la dureté magnétique H_C et la dureté mécanique H_V .

Mots clés : CND, matériaux ferromagnétiques, bruit Barkhausen, acier X70, aciers HLE dual phase.

Abstract

This work falls within the field of Non-Destructive Testing (NDT) by noise Barkhausen in its experimental aspect and relies mainly on the study of the electromagnetic properties associated with the microstructural changes a micro-alloyed manganese steel of API 5L standard a grade X70 used for pipeline transportation of oil and gas. For this, we proceeded from an X70 pipeline to the cutting of two types of samples : small samples for metallographic observation and hardness testing and larger samples for Barkhausen noise measurements. Then, three heat treatments were carried out on the different samples, in this case DQ (Direct Quenching), IQ (Intermediate Quenching), SQ (Step Quenching), in order to develop a dual phase structure (Ferrite + Martensite) with different morphologies and volume fraction of the martensitic phase. Then, a metallographic analysis with optical microscope and SEM (Scanning Electron Microscopy) and hardness measurements as well as Barkhausen noise measurements were performed with the aim of looking for a possible correlation between the Barkhausen noise signals and the X70 steel microstructure. This study revealed that the coercive field decreases with the increase of grain size in inverse proportional linear relation and consequently the existence of a relation of proportionality between the incremental permeability and the mechanical hardness H_V . An increase in the hardness and/or grain size causes a maximum amplitude increase of the Barkhausen response. The existence of an inversely proportional linear relationship between magnetic hardness H_C and mechanical hardness H_V .

Keywords : NDT, ferromagnetic materials, noise Barkhausen, X70 steel, HSLA dual phase steels.

ملخص

هذا العمل يقع في مجال الاختبارات غير المدمرة CND بالضوضاء Barkhausen في جانبها التجريبي، ويعتمد أساساً على دراسة الخصائص الكهرومغناطيسية المرتبطة بالتغيرات المجهرية للفولاذ صغير الخلط من المنغيز من المعيار API 5L ذو الصف X70 الذي يستخدم في صنع خطوط الأنابيب لنقل النفط والغاز. لهذا، قمنا بتقطيع من أنبوب X70 نوعين من العينات: العينات الصغيرة لمراقبة فحص المعادن وقياس الصلابة والعيّنات الأكبر لقياسات الضوضاء Barkhausen عليها. ثم، تم تنفيذ ثلاث معالجة حرارية على العينات المختلفة، هي DQ (التبريد المباشر)، IQ (التبريد المتوسطة)، SQ (التبريد المدرج) من أجل تطوير بنية هيكلية مزدوجة المرحلة (الفريت + مارتنيسيت) ذات أشكال مختلفة وتقسيمات حجمية مختلفة للمرحلة مارتنيسيتية. ثم تم إجراء تحليل فحص المعادن تحت المجهر الضوئي و الالكتروني وقياس الصلابة الميكانيكية وكذلك قياسات الضوضاء Barkhausen من أجل البحث عن وجود ارتباط محتمل بين الإشارات الضوضاء ل Barkhausen والبنية المجهرية للفولاذ X70. كشفت هذه الدراسة أن الحقل القسري يتناقص مع زيادة حجم الحبيبات في علاقة خطية متناسبة عكسياً، وبالتالي وجود علاقة التناسب بين النفاذية التزايدية والصلابة الميكانيكية H_V . تؤدي الزيادة في الصلابة و/ أو في حجم الحبوب إلى زيادة السعة القصوى لاستجابة Barkhausen. ، وبالتالي وجود علاقة خطية متناسبة عكسياً بين H_C صلابة المغناطيسي والصلابة الميكانيكية H_V .

الكلمات المفتاحية: CND، مواد الحديد المغناطيسية، ضوضاء Barkhausen، فولاذ X70، فولاذ HLE ثنائي المرحلة.