

Caractérisation mécanique non destructive des aciers martensitiques par analyse du bruit Barkhausen

M. Dherbécourt^{a,b}, O. Messal^a, Z. Tang^a, A. Benabou^a, H. Qozam^b, F. Lefevre^b

^aUniv. Lille, Arts et Metiers Institute of Technology, Centrale Lille, Junia, ULR2697-L2EP, F-59000 Lille, France

^bVallourec One R&D, 60 Route de Leval, 59620 Aulnoye-Aymeries, France

RESUME - Le contrôle non destructif (CND) peut être utilisé pour évaluer quantitativement les propriétés mécaniques des aciers industriels. Les techniques de CND électromagnétiques telles que celle basée sur l'analyse du bruit Barkhausen sont tributaires de l'état de surface de la pièce à inspecter. Dans cette étude, nous nous intéressons à l'impact de l'état de surface sur les réponses issues de cette technique appliquées à la caractérisation des propriétés mécaniques d'aciers martensitiques. Les résultats sont interprétés au regard des propriétés magnétiques, électriques et microstructurales.

Mots-clés — Aciers martensitiques, bruit Barkhausen, CND, propriétés magnétiques, propriétés mécaniques.

1. INTRODUCTION

La technique CND basée sur l'analyse du bruit magnétique Barkhausen [Magnetic Barkhausen Noise (MBN)] est l'une des plus prometteuses pour la caractérisation mécanique des aciers ferromagnétiques. Le MBN est attribué aux déplacements irréversibles des parois des domaines magnétiques sous l'application d'un champ extérieur. En se déplaçant, les parois magnétiques rencontrent des hétérogénéités microstructurales telles que des lacunes, des inclusions non-magnétiques, des précipités, des joints de grains ou des dislocations qui agissent comme des sites d'épinglement/d'ancrage pour les parois. En franchissant ces obstacles, les parois magnétiques produisent des discontinuités d'aimantation, i.e. des variations de flux, qui peuvent être mesurées à l'aide d'une bobine et une instrumentation adaptée. Des études antérieures rapportées dans la littérature ont montré la sensibilité du bruit Barkhausen à la microstructure [1], à la contrainte résiduelle [2], ainsi qu'à la taille de grains [3] des aciers. Dans cet article, une étude expérimentale est proposée pour évaluer le bruit Barkhausen sur différents grades d'aciers martensitiques de hautes performances mécaniques de même composition chimique et de même taille de grains. La sensibilité de la technique à l'état de surface de l'échantillon est investiguée.

2. PREPARATION DES ECHANTILLONS

Six échantillons issus d'un même acier à faible teneur en carbone ont été étudiés. Ils ont subi un revenu martensitique à différentes températures T_R^i telles que $T_R^i > T_R^{i+1}$ en vue de générer des propriétés mécaniques différentes telles que $R_e^{i+1} > R_e^i$ et $R_m^{i+1} > R_m^i$, rapportées dans le Tableau 1. Pour des raisons de confidentialité, les valeurs absolues de ces grandeurs

physiques ne peuvent être communiquées. Plusieurs états de surface ont été considérés pour chaque acier : l'état brut industriel, l'état après fraisage mécanique et enfin l'état préparé par électroérosion à fil.

Tableau 1. Caractéristiques mécaniques des aciers martensitiques.

Échantillon	T_R (°C)	Limite d'élasticité (MPa)	Résistance à la traction (MPa)
A	T_R^1	Re^1	Rm^1
B	T_R^2	Re^2	Rm^2
C	T_R^3	Re^3	Rm^3
D	T_R^4	Re^4	Rm^4
E	T_R^5	Re^5	Rm^5
F	T_R^6	Re^6	Rm^6

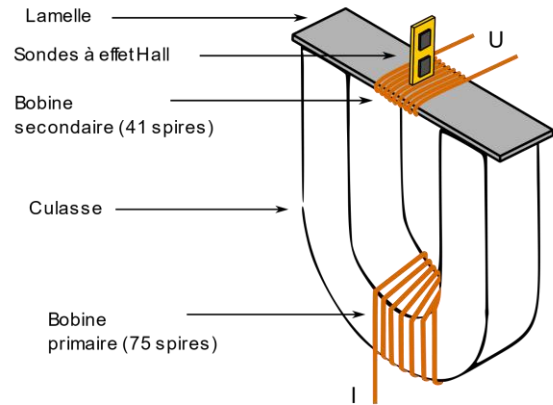


Fig. 1. Schéma de principe du banc de caractérisation magnétique mini-SST.

3. PROPRIETES MAGNETIQUES ET ELECTRIQUES

Dans un premier temps, les propriétés magnétiques de référence des échantillons ont été mesurées à température ambiante au moyen d'un dispositif SST (Single Sheet Tester) miniaturisé [4]. Il s'agit de mesures de cycles d'hystérésis $B(H)$ en régime quasi-statique (10 Hz) réalisées sur des lamelles de dimensions $35 \times 10 \times 1$ mm, extraites de chaque grade d'acier.

La Figure 1 présente le circuit magnétique du banc mini-SST. Il est constitué d'une culasse en acier à grains orientés équipée d'une bobine primaire de 75 spires. Le champ magnétique H est mesuré au moyen de deux sondes à effet Hall à partir desquelles une méthode d'extrapolation permet de déterminer le champ magnétique à la surface de l'échantillon.

L'induction moyenne $\langle B \rangle$ est déterminée à partir de la tension induite aux bornes de la bobine secondaire comportant 42 spires.

D'autre part, la conductivité électrique des six échantillons a été mesurée sur ces mêmes lamelles à l'aide de la méthode des quatre pointes [5]. Un schéma de principe de la mesure est donné dans la Figure 2. Le courant I est injecté dans les électrodes extérieures 1 et 4. La tension V est mesurée entre les électrodes intérieures 2 et 3 à l'aide d'un nano-ohmmètre. La circulation du courant dans l'échantillon n'étant pas nécessairement uniforme entre les pointes de mesure de V , un facteur de correction F tenant compte de la forme de l'échantillon et du positionnement des points doit être introduit pour le calcul de la conductivité électrique [6]. Dans notre cas, ce facteur a été déterminé à partir de simulations par éléments finis 3D en électrocinétique [5]. Ainsi, à partir de la mesure du courant I et de la tension V , la conductivité peut être déduite par :

$$\sigma = \frac{I \ell}{V \cdot S} \cdot F \quad (1)$$

avec σ la conductivité électrique, I la distance entre les deux pointes internes et S la section de l'échantillon.

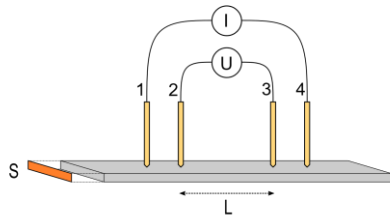


Fig. 2. Schéma de principe de la méthode quatre pointes pour la mesure de la conductivité électrique.

Les mesures de propriétés magnétiques et électriques ont permis de mettre en évidence des paramètres pertinents pour distinguer les échantillons au regard de leurs propriétés électromagnétiques. Parmi ces paramètres, on retrouve notamment le champ coercitif et la conductivité électrique. A titre d'illustration, les figures 3 et 4 montrent l'évolution de la perméabilité magnétique relative et du champ coercitif en fonction du champ appliqué pour chaque échantillon.

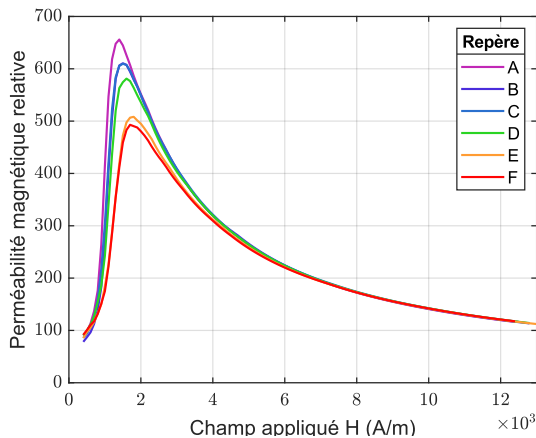


Fig. 3. Evolution des perméabilités magnétiques relatives des six échantillons en fonction du champ appliqué.

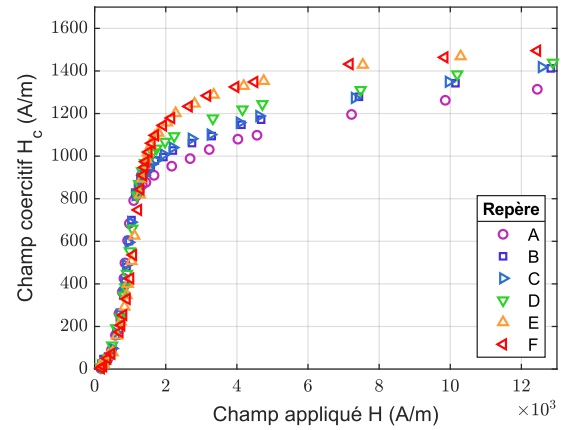


Fig. 4. Evolution du champ coercitif des six échantillons en fonction du champ appliqué.

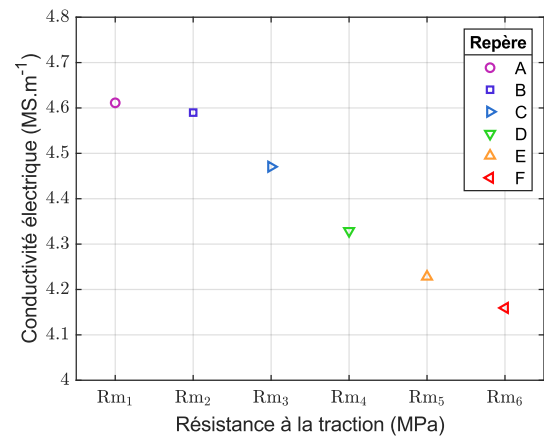


Fig. 5. Relevés de conductivité électrique vs la résistance à la traction des six échantillons.

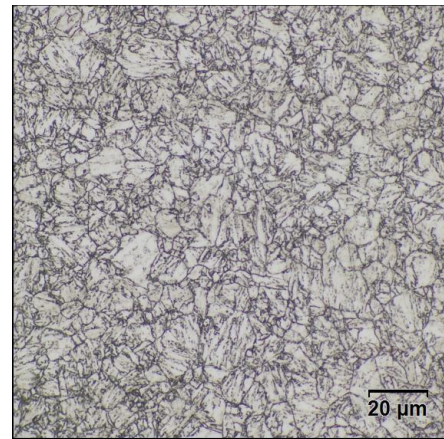


Fig. 6. Taille des grains austénitiques de l'échantillon D révélés par une attaque chimique Béchot-Beaujard.

Les conductivités électriques mesurées sont rapportées dans la Figure 5 en fonction de la résistance à la traction R_m de chaque échantillon. Les résultats montrent une belle corrélation entre la conductivité électrique et la résistance à la traction de chaque acier. La composition chimique des six aciers étant identique, les propriétés électromagnétiques, au même titre que les propriétés mécaniques, sont la conséquence du traitement thermique subi.

4. ANALYSE METALLURGIQUE

Les propriétés physiques évaluées sont la conséquence de changements microstructuraux lors du traitement thermique composé d'une trempe martensitique suivie d'un revenu. En amont du CND, ces aspects microstructuraux ont été investigués par une observation optique de la microstructure. La température d'austénitisation de chacun des échantillons a été fixée à 900°C. L'observation au microscope optique (selon la norme ASTM E112) a permis de garantir une même taille de grains austénitiques moyenne de 12.2 µm pour chacun des échantillons. A titre d'illustration, une photographie des grains de l'échantillon D est présentée dans la Figure 6.

L'observation des microstructures de type martensite revenue révélées par l'attaque Nital 3% (selon la norme ASTM E407) montre le phénomène de précipitation intervenu au cours du revenu. La Figure 7 présente les micrographies des échantillons A et F.

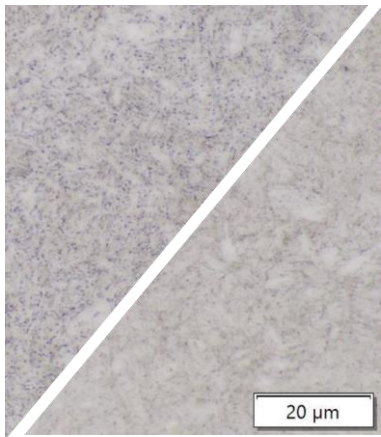


Fig. 7. Microstructure des échantillons A (gauche) et F (droite) obtenues au microscope optique.

En accord avec la littérature, le taux de précipitation augmente progressivement avec la température de revenu T_R [7]. Au cours du revenu, un autre phénomène entre en jeu : la diminution du taux de dislocations de la martensite brute de trempe. Au sein des échantillons étudiés, l'augmentation de la conductivité électrique avec la température de revenu observée dans la Figure 5 pourrait être attribuée à la diminution du taux de dislocations.

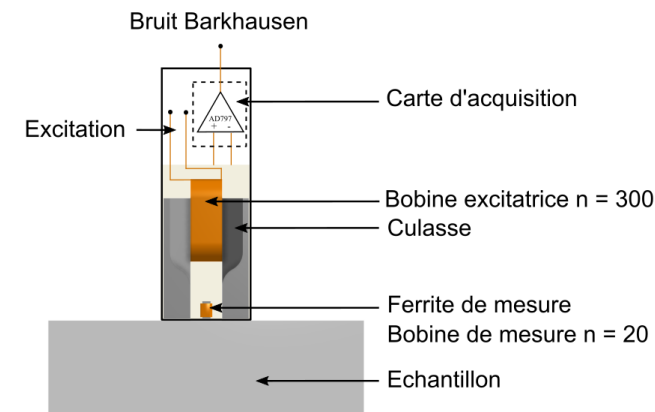


Fig. 8. Schéma de la structure interne du capteur MBN.

Tableau 2. États de surfaces des aciers étudiés.

1. Industriel brut	2. Fraisé	3. Électro-érodé

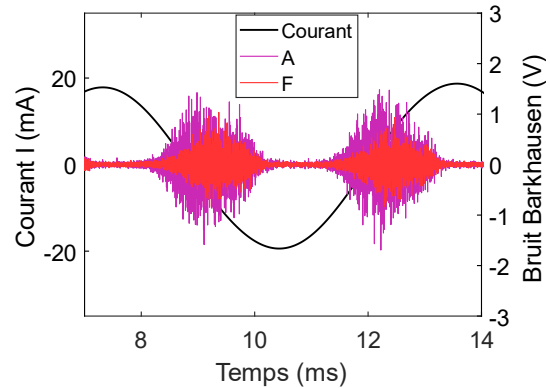


Fig. 9. Signaux bruts MBN acquis sur les échantillons A et F (électroérosion à fil).

5. ANALYSE DU BRUIT BARKHAUSEN

Sur la base des résultats précédents qui ont mis en évidence les similitudes et les différences au sein des aciers étudiés, la campagne de mesures MBN a été menée. Le dispositif expérimental utilisé est un équipement industriel. Le capteur de mesure est composé d'un circuit magnétique d'excitation avec une bobine de 300 spires. Le circuit de mesure est composé d'une bobine de 20 spires bobinée autour d'un noyau en ferrite. Le signal MBN est amplifié par un amplificateur opérationnel AD797 puis transmis à l'unité d'acquisition.

Dans cette étude, l'impact de l'état de surface a été investigué en considérant trois états différents pour chaque échantillon. Le Tableau 2 présente les trois états étudiés et générés par découpes successives réalisées à partir de la matière originale.

L'état industriel brut est le premier état étudié. Les échantillons étant issus d'un même tube industriel, leur géométrie est inadaptée à la sonde (plane) du dispositif de mesure. En outre, la couche irrégulière de calamine a rendu impossible le contrôle de l'entrefer entre la sonde et l'échantillon et donc la répétabilité des mesures. Le second état de surface a été généré par le fraisage d'un méplat tangentiel à la courbure de l'échantillon d'origine. Le dernier état de surface est obtenu par électroérosion à fil.

La campagne de mesure MBN a été menée dans des conditions de température identiques et avec les mêmes paramètres d'excitation : tension d'entrée alternative de valeur efficace de 5 V et de fréquence 160 Hz. Dans ces circonstances, les signatures MBN se sont montrées reproductibles (écart-type $\sigma = 5$ mV pour l'amplitude de l'enveloppe MBN relevé sur 50 mesures). Un exemple de bruit de Barkhausen acquis sur les échantillons A et F est présenté dans la Figure 9. Le courant I généré par la bobine excitatrice est rapporté en noir sur la même figure. La Figure 10 présente les enveloppes MBN

représentatives des signaux bruts des aciers étudiés. Pour chaque échantillon, une enveloppe moyenne a été calculée sur six cycles d'aimantation. A noter que les figures 9 et 10 correspondent à l'état de surface obtenu par électroérosion. L'analyse des enveloppes MBN, en particulier, montre une progression significative de l'amplitude et de la position du pic de l'enveloppe dans le sens des échantillons A → F. Le même protocole expérimental a été répété pour les états de surface 2 (fraisé) et 3 (électro-érodé).

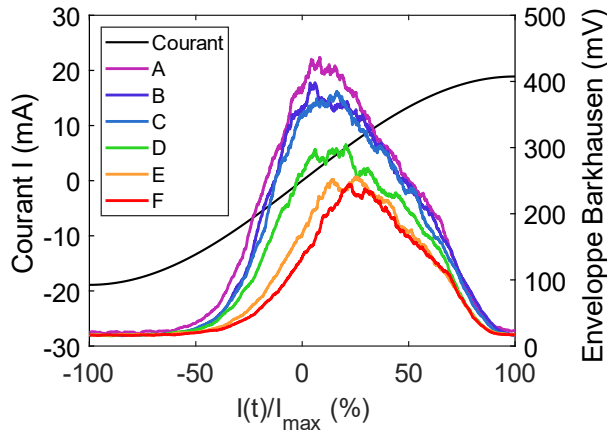


Fig. 10. Enveloppes MBN des six échantillons (électroérosion à fil).

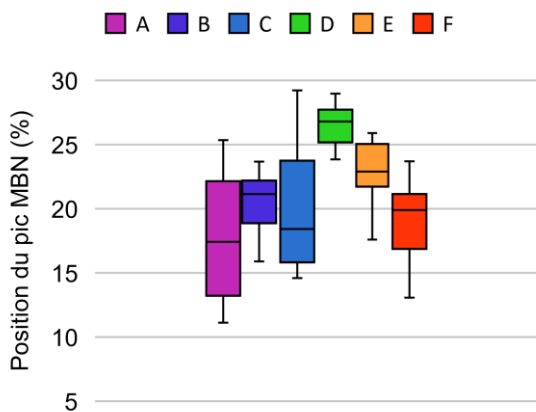


Fig. 11. Position du pic MBN acquis sur l'état de surface généré par fraisage.

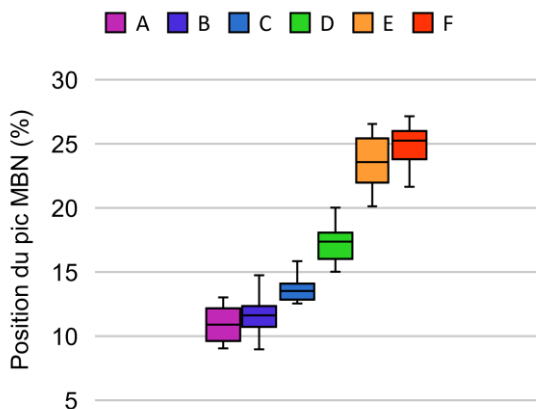


Fig. 12. Position du pic MBN acquis sur l'état de surface généré par électroérosion.

Pour chaque échantillon, une enveloppe MBN moyenne a été mesurée sur six positions préalablement repérées. La variabilité des signatures MBN au sein d'un même échantillon a ainsi été évaluée. Celle-ci est reportée, pour chacun des états de surface et en lien avec le paramètre position du pic MBN, sur les figures 11 et 12 sous la forme de diagramme en boîte. Les mesures MBN réalisées sur les échantillons fraisés (Figure 11) montrent une grande dispersion. Les variabilités de la position du pic de l'enveloppe MBN intra et inter-échantillons sont du même ordre de grandeur. La technique MBN ne se montre pas capable de distinguer les aciers malgré les écarts de propriétés physiques constatés. Ces dernières ont d'ailleurs été probablement dégradées en surface, zone principalement sondée par la technique MBN, par le procédé de découpe mécanique. Les contraintes résiduelles induites et l'empreinte irrégulière de la scie sont les principales causes suspectées.

Les résultats obtenus avec l'état de surface généré par électroérosion sont présentés dans la Figure 12. Ce procédé de découpe est connu comme l'un des moins dégradants pour les propriétés magnétiques précédemment établies. En outre, le contrôle de l'entrefer est facilité par la surface plane et régulière de l'échantillon. En premier lieu, nous observons que la dispersion intra-échantillons est fortement réduite dû à la régularité de l'état de surface. Deuxièmement, la position du pic de l'enveloppe Barkhausen progresse dans le sens A → F montrant une nette corrélation avec les propriétés mécaniques (de $R_{e,m}^1 \rightarrow R_{e,m}^6$). Cela peut être justifié par l'augmentation du champ coercitif des aciers étudiés en allant dans le sens A → F (cf. Figure 4) ; la position du pic de l'enveloppe MBN étant corrélée avec le champ coercitif du matériau inspecté. Le procédé de découpe par électroérosion n'ayant pas ou peu dégradé les propriétés magnétiques et électriques des aciers, la technique CND basée sur le MBN s'est révélée capable de distinguer les aciers martensitiques investigués en dépit de leur chimie et de leur taille de grains identiques.

6. CONCLUSIONS

Dans cette étude, le CND basé sur l'analyse du bruit magnétique Barkhausen est exploré sur six aciers martensitiques à faible teneur en carbone utilisés pour des applications à hautes performances mécaniques. L'aptitude de la technique MBN à différencier les aciers est étudiée au regard de l'état de surface des échantillons. Seul l'état de surface préparé par électroérosion permet à cette technique de dissocier les aciers étudiés.

7. REFERENCES

- [1] C. Gatelier-rothéa *et al.*, 'Role of Microstructural States on the Level of Barkhausen Noise in Pure Iron and Low Carbon Iron Binary Alloys', *Nondestruct. Test. Eval.*, vol. 8–9, no. 1–6, pp. 591–602, Juin 1992.
- [2] M. Lindgren and T. Lepistö, 'Relation between residual stress and Barkhausen noise in a duplex steel', *NDT E Int.*, vol. 36, no. 5, pp. 279–288, Juillet 2003.
- [3] A. Ktena *et al.*, 'Barkhausen noise as a microstructure characterization tool', *Phys. B Condens. Matter*, vol. 435, pp. 109–112, Fev. 2014.
- [4] M. Jamil *et al.*, 'Magneto-thermal characterization of bulk forged magnetic steel used in claw pole machine', *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 502, p. 166526, Mai 2020.
- [5] M. Jamil *et al.*, « Effet de la température de fonctionnement sur le comportement électromagnétique d'un noyau magnétique massif », SGE 2021, Nantes, France, 2021.
- [6] F. M. Smits, "Measurement of Sheet Resistivities with the Four-Point Probe," *Bell Syst. Tech. J.*, vol. 37, no. 3, pp. 711–718, May 1958.
- [7] Wilzer *et al.*, « The Influence of Heat Treatment and Resulting Microstructures on the Thermophysical Properties of Martensitic Steels » *Journal of Materials Science*, vol. 48, no. 24, p.8483-8492, Dec. 2013.