

Titre: Mesure d'hystérésis magnétique volumique de l'acier 4340 en fonction de la température
Title: Mesure d'hystérésis magnétique volumique de l'acier 4340 en fonction de la température

Auteur: Kevin McMeekin
Author:

Date: 2016

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: McMeekin, K. (2016). Mesure d'hystérésis magnétique volumique de l'acier 4340 en fonction de la température [Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/2139/>
Citation:

Document en libre accès dans PolyPublie

Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/2139/>
PolyPublie URL:

Directeurs de recherche: Frédéric Sirois, & Philippe Bocher
Advisors:

Programme: génie électrique
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

MESURE D'HYSTÉRÉSIS MAGNÉTIQUE VOLUMIQUE DE L'ACIER 4340 EN
FONCTION DE LA TEMPÉRATURE

KEVIN MCMEEKIN
DÉPARTEMENT DE GÉNIE ÉLECTRIQUE
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES
(GÉNIE ÉLECTRIQUE)
AVRIL 2016

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

MESURE D'HYSTÉRÉSIS MAGNÉTIQUE VOLUMIQUE DE L'ACIER 4340 EN
FONCTION DE LA TEMPÉRATURE

présenté par : MCMEEKIN Kevin
en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées
a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. MÉNARD David, Ph. D., président

M. SIROIS Frédéric, Ph. D., membre et directeur de recherche

M. BOCHER Philippe, Ph. D., membre et codirecteur de recherche

M. CROS Jérôme, Ph. D., membre

DÉDICACE

*À mes parents, Nicole et Ron,
pour tous leurs sacrifices qui
m'ont permis de me réaliser.*

REMERCIEMENTS

Avant tout, je veux souligner ma reconnaissance envers mon directeur de recherche Frédéric Sirois. Bien plus qu'un professeur, il a été une inspiration pour me dépasser et innover. Je le remercie pour son dévouement et sa générosité, en particulier lorsque mon temps et mon enthousiasme étaient partagés entre multiples projets. J'ai énormément grandi au travers de mes années au laboratoire et j'en serai toujours reconnaissant.

Je remercie également mon codirecteur Philippe Bocher pour son support et cette opportunité d'explorer un domaine de l'ingénierie qui m'était inconnu. Je suis particulièrement reconnaissant de sa patience au cours de ce travail.

Je tiens à remercier Maxime pour de nombreuses conversations enrichissantes et une collaboration fort intéressante. Je souhaite aussi remercier Nicolas, Charles-Henri, Lucile, Jonathan et Christian pour leur aide et leurs conseils essentiels à des moments clés du projet. Je salue mes collègues de bureau Thomas, Baki et Isabelle.

Un merci tout spécial à Gabrielle pour son appui et son encouragement au cours de mes études. Cette maîtrise aurait été très différente et laborieuse sans elle à mes côtés.

Je suis aussi reconnaissant de la contribution du Conseil de recherches en sciences naturelles et en génie du Canada pour avoir permis l'élaboration de ce travail.

RÉSUMÉ

Le domaine du chauffage par induction sollicite les propriétés électriques et magnétiques d'une pièce d'acier pour y injecter une puissance par induction électromagnétique, soit des courants de Foucault en surface. Des simulations par la méthode des éléments finis sont couramment employées pour déterminer la distribution de puissance, notamment lorsqu'une géométrie complexe est traitée. Une amélioration de la précision de ces simulations accélère le prototypage du profil de chauffe adapté pour une pièce. En considérant les avancées dans les techniques de calcul numérique, les biais de mesure dans les propriétés magnétiques couramment employées ont un impact considérable sur la précision des résultats.

Dans ce mémoire, on propose une méthodologie de mesure des propriétés magnétiques des matériaux magnétiques à haute température. Une approche dite quasistatique à deux bobines est adaptée pour mesurer l'évolution des propriétés jusqu'à la température de Curie, soit une analyse dite «thermomagnétique». Dans la méthode développée, l'analyse recueille une cinquantaine de courbes d'hystérésis distribuées entre 20°C et 850°C en moins de 30 minutes. La rapidité de l'analyse à haute température est cruciale pour éviter toutes transformations de la microstructure de l'acier lors des mesures. On soupçonne que cinq minutes sont suffisantes pour altérer les propriétés magnétiques dans certains cas particulièrement sensibles. De plus, l'usinage de l'échantillon d'acier implique habituellement des techniques qui créent en surface des contraintes mécaniques, de la déformation plastique et de hautes températures. Ces trois phénomènes affectent les propriétés magnétiques. La méthode actuelle emploie des échantillons avec un grand rapport volume/surface pour limiter l'impact des altérations du matériau en surface.

Un aspect novateur de ce travail est le développement de bobines adaptées aux hautes températures (900°C) à un faible coût de fabrication. Ce savoir-faire appliqué à l'approche choisie permet, entre autres, une meilleure précision dans la mesure des courbes d'hystérésis. Les bobines sont à l'intérieur du four et elles font partie de l'échantillon. Ainsi, le montage emploie des échantillons fermés toroïdaux d'environ 5 cm de diamètre d'anneau et 5 mm de diamètre de section, chose irréaliste avec des bobines ordinaires. Les conditions expérimentales, soit l'alternance de mesures magnétiques et de chauffes, sont gérées par un programme Labview. Une boucle de contrôle numérique en temps réel permet d'obtenir une magnétisation dont le taux de variation est contrôlé.

La méthode est mise en application pour trois états de microstructure de l'acier AISI 4340. On présente la courbe d'hystérésis majeure obtenue à température ambiante et l'analyse ther-

momagnétique jusqu'à 850°C. Un champ maximal de 16 kA/m et une fréquence d'environ 2 Hz sont employés. Cette analyse inclut un regard critique sur les mesures et sept sources d'erreur sont identifiées et modélisées pour définir l'incertitude sur la mesure de B . Notamment, un modèle de circuit équivalent modélise les fuites de courant dues à la résistance non-infinie de la céramique à haute température pour évaluer leur impact sur la mesure de la tension induite. En fin de compte, les deux sources d'erreur qui dominent l'incertitude sont l'effet de peau à 2 Hz et la variabilité du diamètre de l'échantillon. L'incertitude, pour les propriétés de l'échantillon refroidi au four, est de ± 60 mT (5%) autour de la densité de flux rémanente et ± 45 mT (2.5%) à 16 kA/m.

Le montage dans son état actuel génère de bons résultats, mais il requiert des améliorations considérables pour être finalisé. Dans ce travail, on présente les prochaines étapes du projet, soit d'adresser les failles présentes dans la méthode en général, d'accélérer l'analyse thermomagnétique et de réduire l'incertitude. Un besoin pressant est l'automatisation du contrôle du taux de variation de la magnétisation, notamment à haute température, pour accélérer l'analyse. Du même coup, un meilleur contrôle de la puissance injectée, selon les limites des matériaux, peut accélérer considérablement la chauffe. Pour améliorer la reproductibilité des échantillons, on conçoit une machine d'enroulement et des coquilles en céramique préfabriquées. De plus, on recommande de considérer les effets dynamiques non contrôlés de la magnétisation à l'échelle microscopique, soit les sauts de Barkhausen. Enfin, on entrevoit perfectionner la modélisation de plusieurs sources d'erreur pour formuler une correction des mesures au lieu de les considérer dans le calcul de l'incertitude seulement.

En considérant les résultats obtenus et les améliorations suggérées, le montage promet des analyses thermomagnétiques de pointe. À ce stade, une comparaison de méthodes entre plusieurs laboratoires permettrait de définir l'ampleur respective des biais de mesures associés aux divers étapes du processus de mesure des propriétés magnétiques. La comparaison se ferait à partir du matériau brut, des toroïdes usinés et de l'échantillon bobiné. Un autre projet rendu possible par ce montage est l'étude de la stabilité thermique des propriétés magnétiques. On pourrait ainsi déterminer la durée limite d'une analyse à haute température avant qu'il n'y ait altération des propriétés magnétiques. Une dernière proposition est la mesure de pertes excédentaires, qui est un aspect très important dans le domaine de la chauffe par induction.

En considérant la performance des techniques numériques actuelles en simulation, une grande opportunité afin d'améliorer la validité de ces dernières réside au sein de la représentation des matériaux lors de la simulation. L'accélération d'une analyse thermomagnétique, telle que proposée dans ce mémoire, permet une précision accrue dans la mesure des propriétés magnétiques en fonction de la température. De tels résultats rendent possibles des modèles

basés sur l'interpolation de courbes d'hystérésis au cours de la chauffe simulée, soit une avancée considérable dans la représentation des matériaux.

ABSTRACT

The field of induction heating relies on the electrical and magnetic properties of a material to transfer electromagnetic power inside the work piece by means of eddy currents. With complex geometries, finite element simulations are commonly used to determine the magnetic field distribution, and thus the power distribution. Better predictions of the transferred power accelerate the prototyping scheme used to obtain the optimal heating profile. Considering the advances in numerical techniques, measurement bias in magnetic properties can have a relatively large impact on the precision of the results.

In the present work, we propose an approach to magnetic property measurements at high temperature. A two windings quasistatic approach is used to monitor the evolution of the properties up to the Curie temperature, i.e. a thermomagnetic analysis (TMA). The developed setup can acquire approximately 50 hysteresis curves spread between 20°C and 850°C within 20 minutes. This rapid TMA is crucial to avoid any microstructural transformation in the steel over the course of the heating. An exposure of five minutes to high temperatures is suspected to be enough to alter the magnetic properties in some sensitive steels. Furthermore, the sample's machining, prior to the measurements, most often implies cutting techniques that create residual stress, plastic deformation and high temperatures. These three phenomenon can alter the microstructure and therefore permanently change the initial material's magnetic properties. The chosen magnetic measurement method favours samples with a large volume to surface ratio to reduce the impact of material alteration at the surfaces.

A contribution of this work is the development of a high temperature winding (900°C) at low cost. This expertise applied to our method can increase the precision in the magnetic measurement of hysteresis curves by allowing the windings to be part of the sample and therefore inside the oven. This enables the use of closed samples (toroids) with a diameter of approximately 5 cm and a 5 mm cross-section diameters, which is impractical with traditional windings. The setup uses a Labview program to handle the switching between magnetic measurements and heating. A real-time digital feedback loop offers the possibility to control the magnetic flux and limit its maximum rate of change, an important aspect of intrinsic magnetic property measurements.

Our setup is put to use with three microstructural states of the same initial sample of AISI 4340 steel. We present the major hysteresis curve obtained at room temperature and the TMA up to 850°C. A peak magnetic field of 16 kA/m and a frequency of 2 Hz were used. We discuss the quality of the measurements by identifying seven error sources and model-

ing them to determine a reasonable level of uncertainty. In particular, an equivalent circuit model was used to predict the undesirable current flowing through the electrical insulation due to its non-ideal resistivity at high temperature. This leads to an uncertainty estimation on the measured induced voltage at the sense winding and therefore to an uncertainty value on the magnetic flux density B . Within these seven error sources, we also consider the uncertainty associated with non-uniform magnetic path length over the sample's cross-section, which is typical of closed geometries. The conclusions of the study show that the skin effect at 2 Hz (24 T/s) and the uncertainty on the sample's measured cross-section diameter are the two dominating sources of uncertainty. Based on the measurements of the rapidly cooled state (air-cooled state), the uncertainty is ± 60 mT (5%) around the remanent magnetic flux density ($H = 0$) and ± 45 mT (2.5%) near saturation ($H = 16$ kA/m).

The setup in its current state generates good results but requires improvements to be considered complete. A chapter of this work presents the next steps of the project, i.e. accelerating the TMA and reducing the global uncertainty. A pressing issue is the automation of the control on the flux's rate of change, especially at high temperature to accelerate the TMA. Furthermore, a better control of the heating power and knowledge of the winding's thermal limits will increase the heating speed. To enhance reproducibility of results, we devise a winding machine and prefabricated ceramic shell (molds). In addition, we recommend to further address the uncontrolled Barkhausen jumps in the analysis. Lastly, we plan to consider the various sources of error in the analysis and correct the resulting curve instead of using these models only for the determination of the global uncertainty.

In light of the obtained results and with the prescribed revisions, this setup offers state of the art thermomagnetic analysis capabilities. At that stage, a method comparison between multiple laboratories would define the relative importance of the various steps in the sample preparation and measurement, i.e. property alteration from machining, control of frequency dependent effects, TMA duration and automated curve analysis software. One comparison would have multiple laboratories start with the same bulk material, another comparison would offer identically prepared toroid samples to the participating laboratories and a third would offer prepared and fully wound samples. Another project made possible by this setup is the study of the thermal stability of a material's magnetic properties. This would help us determine a safe limit on the duration of high temperature magnetic measurements before alterations occur. The last point is the measurement of excess losses, as a function of temperature and frequency, which are an important issue in the calculation of electromagnetic losses or electromagnetic heating.

With the ever increasing performance of numerical techniques in simulations, more accurate

magnetic properties offer an opportunity to increase the validity and range of induction heating simulations. The acceleration of the approach, as proposed in this work, will enable such an increase in accuracy of the magnetic properties as a function of temperature. These results are permitting the development of models based on hysteresis curve interpolation over the course of the simulated heating, which are a considerable advancement in the field of magnetic material modeling.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE	iii
REMERCIEMENTS	iv
RÉSUMÉ	v
ABSTRACT	viii
TABLE DES MATIÈRES	xi
LISTE DES TABLEAUX	xv
LISTE DES FIGURES	xvi
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS	xxiv
LISTE DES ANNEXES	xxv
CHAPITRE 1 INTRODUCTION	1
1.1 Définitions et concepts de base	1
1.1.1 Les bases de l'électromagnétisme	1
1.1.2 Notation utilisée	2
1.1.3 Généralités de la courbe d'hystérésis	3
1.1.4 La méthode des éléments finis	4
1.1.5 La microstructure d'un acier	5
1.2 Éléments de la problématique	5
1.2.1 Le traitement thermique	5
1.2.2 Propriétés magnétiques nécessaires aux simulations	6
1.2.3 Solutions commerciales	8
1.2.4 Préparation de l'échantillon et impact sur l'intégrité de surface	8
1.3 Objectifs de recherche	8
1.4 Plan du mémoire	9
CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE	10
2.1 La théorie électromagnétique	10
2.1.1 L'impact des domaines magnétiques sur la courbe d'hystérésis	10

2.1.2	Dépendance en fréquence de la courbe d'hystérésis	10
2.1.3	Discussion sur l'intérêt envers les propriétés intrinsèques	12
2.1.4	Les diverses définitions de la perméabilité magnétique	13
2.1.5	Effet de peau	13
2.1.6	La température de Curie et les modèles en température	16
2.2	Mise en contexte métallurgique	17
2.2.1	Lien entre les propriétés magnétiques et la température	19
2.2.1.1	Diagrammes TTT et CCT	19
2.2.1.2	Dynamiques de revenu et de recuit	20
2.2.2	Lien entre les propriétés magnétiques et les contraintes	21
2.2.2.1	Impact de la déformation plastique	21
2.3	Mesures des propriétés magnétiques intrinsèques	21
2.3.1	Mesures de moments magnétiques statiques par induction	22
2.3.2	Mesures de moments magnétiques par la force	22
2.3.3	Mesures dynamiques	22
2.3.3.1	Exemples de mise en application	24
2.3.3.2	Standards industriels (norme A773/A773M - 14)	24
CHAPITRE 3 PRÉSENTATION DE LA MÉTHODE		27
3.1	Équipements et éléments du montage	28
3.1.1	Programmation	30
3.1.2	Étage de protection	30
3.1.3	Filtres	30
3.1.4	Amplificateur et inductance	30
3.1.5	Contrôle de la température	31
3.2	Programme de contrôle des conditions expérimentales	31
3.2.1	Boucle de contrôle temps réel	31
3.2.2	Effet de l'échantillonnage	32
3.2.3	Contrôle de l'inductance variable	33
3.3	Présentation de l'échantillon et des techniques de préparation	33
3.3.1	Isolation électrique et densité de spire	35
3.3.2	Mise en place des enroulements	38
3.3.3	Preuve de concept	39
3.4	Mesures magnétiques	41
3.4.1	Présentation des variables et du calcul de B et H	41
3.4.2	Corrections appliquées aux données	43

3.4.2.1	Filtre numérique sur le champ magnétique	43
3.4.2.2	Correction de la dérive de B	43
3.4.2.3	Recentrage la courbe B - H	44
3.4.3	Utilisation typique en guise de mesure magnétique	45
3.5	Aspects thermiques	45
3.5.1	Méthode de chauffe	45
3.5.2	Mesure de la température	46
3.5.3	Conception d'un four	46
3.5.4	Preuve de concept	47
CHAPITRE 4 MISE EN APPLICATION		53
4.1	Préparation de l'échantillon et traitements des données	53
4.2	Acier AISI 4340 à la température ambiante	55
4.3	Dépendance en température de l'acier AISI 4340	56
4.3.1	Détermination du point de Curie	58
4.3.2	Variabilité de la perméabilité maximale	60
4.3.3	Transformations en cours d'analyse	60
CHAPITRE 5 ANALYSE QUANTITATIVE DES DIVERSES SOURCES D'ERREUR		63
5.1	Diamètre de l'échantillon	65
5.2	Impact des spires de rayons différents	66
5.3	Amplitude du bruit sur la mesure des tensions	68
5.4	Fuite de courant dans la céramique	69
5.4.1	Fuites spire-acier	69
5.4.2	Fuites inter-enroulements	73
5.5	Parcours magnétique non uniforme	75
5.5.1	Calcul de l'écart sur le champ H	75
5.5.2	Propagation de l'erreur sur la densité de flux B	77
5.6	Diffusion lente dans l'échantillon (effet de peau)	78
5.7	Calibration paramagnétique	82
5.8	Récapitulation	83
CHAPITRE 6 AMÉLIORATIONS DE LA MÉTHODE		86
6.1	Méthodologie expérimentale	86
6.1.1	Augmentation de l'uniformité et de la reproductibilité	86
6.1.2	Contrôle de la vitesse de magnétisation à température élevée	87
6.1.3	Effets dynamiques microscopiques du processus de magnétisation	87

6.1.4	Réduction des contraintes par dilatation thermique	89
6.1.5	Comparaison de résultats	89
6.2	Accélération de l'analyse thermomagnétique	90
6.2.1	Automatisation du contrôle de la magnétisation	91
6.2.2	Meilleur contrôle de la puissance de chauffe	91
6.3	Diminution de l'incertitude	92
6.3.1	Réduction des effets de courants de Foucault	92
6.3.2	Réduction du bruit de mesure	92
6.3.3	Correction des courants de fuite	92
CHAPITRE 7 CONCLUSION		94
7.1	Synthèse des travaux	94
7.2	Limites de la méthode	97
7.3	Autres répercussions du montage	98
7.3.1	Stabilité thermique des propriétés magnétiques	98
7.3.2	Mesure de pertes excédentaires	98
7.3.3	Développement de bobines adaptées aux hautes températures	99
RÉFÉRENCES		100
ANNEXES		102

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1	Définition de quelques paramètres de la courbe d'hystérésis	3
Tableau 2.1	Plusieurs définitions possibles de la perméabilité	14
Tableau 3.1	Dimensions de l'échantillon pour la validation du montage et pour la mise en application de la méthode de caractérisation développée dans ce mémoire. (ref : figure 3.9b)	35
Tableau 4.1	Paramètres des courbes d'hystérésis magnétique à la température ambiante.	55
Tableau 5.1	Paramètres du modèle de circuit équivalent de courants de fuite.	71
Tableau 5.2	Impact de la résistivité de la céramique sur l'erreur de fuite.	72
Tableau 5.3	Le ratio des rayons du toroïde n'est pas à négliger.	76
Tableau A.1	On compare les spécifications de bobines de Helmholtz (température ambiante) avec celles d'un solénoïde à la température de mesure pour justifier le choix d'employer une bobine d'excitation à la température de mesure.	109
Tableau A.2	Propriétés physiques utilisées pour le calcul de la densité de courant maximale.	115

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1	La boucle majeure de la courbe d'hystérésis, ici schématisée, représente les propriétés magnétiques d'intérêt dans ce travail. Une boucle mineure est incluse pour montrer le concept de «branche»dans la relation B - H .	4
Figure 1.2	Illustration d'un engrenage modélisé par éléments finis pour simuler l'évolution de la température dans une pièce au cours d'un traitement thermique de surface.	7
Figure 2.1	La boucle majeure de la courbe d'hystérésis, ici schématisée, illustre les diverses définitions possibles de la perméabilité magnétique.	14
Figure 2.2	On illustre une géométrie semi-infinie dans laquelle la norme du champ magnétique H décroît exponentiellement en fonction de la profondeur x sous la surface.	15
Figure 2.3	Soit une vue en coupe d'un conducteur de section arbitraire S et de périmètre l formé d'un matériau de résistivité électrique ρ et de perméabilité magnétique uniforme et constante μ . À la fréquence angulaire d'opération ω , la profondeur de peau est δ	16
Figure 2.4	On montre une analyse thermomagnétique d'un alliage Fe-20Mo-5Ni-0.075C (% massique). La magnétisation à saturation est mesurée par un VSM lors de la chauffe et du refroidissement de l'échantillon, selon les flèches. Figure tirée des travaux de Tavares et al. (1999).	17
Figure 2.5	Diagramme de phase fer-carbone. L'acier AISI 4340 est faiblement allié dont $\sim 1.8\%$ (% atomique) de carbone et $\sim 95\%$ (% atomique) de fer.	18
Figure 2.6	L'approche VSM consiste à faire vibrer un échantillon à l'intérieur d'un champ magnétique uniforme et constant. Des bobines de mesures captent les oscillations du flux magnétique résultant du mouvement de l'échantillon, qui est considéré comme un dipole magnétique.	23
Figure 2.7	L'approche inductive consiste à mesurer la variation de flux magnétique résultant d'une excitation dynamique au sein d'un matériau avec une courbe B - H d'intérêt.	23
Figure 3.1	Schéma d'un hystérésigraphie avec un échantillon fermé.	28

Figure 3.2	On présente un schéma du montage. Le logiciel <i>Labview</i> est employé pour contrôler les conditions expérimentales avec la carte NI-6323, qui assure la conversion numérique-analogique (DAC). Le courant d'excitation est obtenu directement de la carte de contrôle embarquée de l'amplificateur <i>AE Techron 7796</i> . Une inductance L_0 de $150 \mu\text{H}$ sert à stabiliser la boucle de contrôle du courant de l'amplificateur. La tension induite dans la bobine de mesure, provenant de l'échantillon, est isolée de la carte d'acquisition par un relais pour protéger l'instrument lors d'un pulse de chauffe.	29
Figure 3.3	On présente un schéma de la séparation des tâches entre les deux ordinateurs du montage.	33
Figure 3.4	On présente un schéma du processus à l'intérieur d'une boucle de contrôle en temps réel pour les mesures magnétiques.	34
Figure 3.5	On schématise l'effet d'échantillonnage du courant d'excitation I sur la tension induites V_2 qui est proportionnelle à la dérivée de I . Ce schéma est inspiré de réelles mesures prises à haute fréquence d'échantillonnage.	35
Figure 3.6	Quelques itérations sont nécessaires pour obtenir le courant d'aimantation pour générer une tension induite – et donc un flux magnétique – sinusoïdal(e).	36
Figure 3.7	a) La densité de flux magnétique est contrôlée pour obtenir un sinus à 2 Hz. Pour assurer que l'on observe bien le régime permanent, au moins trois quarts de cycle précédent ces trois cycles tracés. b) Le contenu harmonique est négligeable pour B et celui de H ne dépasse pas 20 Hz.	36
Figure 3.8	L'échantillon et ses deux enroulements sont encastrés dans la céramique dans des étapes successives. a) Un échantillon d'acier est pris en photo avant sa préparation. b) La bobine de mesure est près de la surface de l'échantillon. Un emplacement (à droite) est protégé par un ruban vert pour y mettre un thermocouple. c) La bobine d'excitation constitue la couche extérieure.	37
Figure 3.9	a) Architecture d'un échantillon toroïdal avec des enroulements à la température de mesure. L'isolation électrique entre l'échantillon, les enroulements et chacune des spires doit être une céramique pour assurer la viabilité à haute température. b) Définitions des diverses dimensions de l'échantillon et des enroulements.	37

Figure 3.10	En employant un enroulement à 2 fils isolés l'un de l'autre, on vérifie que l'encastrement dans la céramique est un moyen robuste pour isoler électriquement à 900°C.	39
Figure 3.11	a) On schématise l'échantillon où la bobine d'excitation, ayant N_1 tours et traversée d'un courant I , crée le champ magnétique H . On mesure la tension V_1 à ses bornes. La tension induite dans la bobine de mesure de N_2 tours est V_2 . b) La vue en coupe de la section montre la disposition réelle des deux bobines, superposées sur l'entièreté de l'échantillon. La densité de flux B_2 est délimitée par la bobine de mesure, alors que la densité de flux B_0 est restreinte à la section du matériau à l'étude. . .	48
Figure 3.12	Illustration du traitement des données et des corrections appliquées sur la courbe $B-H$	49
Figure 3.13	a) On trace la courbe $B-H$ brute, i.e. sans correction. Les extrémités négatives ($H_{sat i}, B_{sat i}$) de chaque cycle i sont déterminées numériquement, et elles sont identifiées par des marqueurs rouges. b) On montre la courbe $B-H$ corrigée. On met en évidence la pointe négative de la courbe pour illustrer le résultat de la superposition et la fonction d'extrapolation utilisée. L'agrandissement de la pointe positive montre l'erreur maximale de cette superposition dB_{B-H} , soit de 14 mT dans le cas présent.	50
Figure 3.14	On illustre les quatre méthodes de chauffe considérées dans ce travail.	51
Figure 3.15	La température est mesurée au cours d'une analyse thermomagnétique. Le point de Curie est atteint en moins de 40 minutes.	51
Figure 3.16	La variation de température au cours d'une mesure est bornée par a) $\pm 5^\circ\text{C}$ à 25°C et par b) $\pm 0.5^\circ\text{C}$ à 720°C . Ces variations de température impliquent une variation négligeable en terme de propriétés magnétiques, même aux alentours de la température de Curie de l'acier AISI 4340.	52
Figure 4.1	Schématisation de l'historique thermique de l'échantillon mesuré. . .	54
Figure 4.2	On identifie cinq paramètres de la courbe $B-H$: l'induction à saturation ($\mu_0 M_{sat}$), la densité de flux magnétique rémanente (B_r), la perméabilité relative maximale ($\mu_{r max}$), le champ coercitif (H_c) et l'aire de la courbe d'hystérésis (W_h).	56

Figure 4.3	Propriétés magnétiques de l'acier AISI 4340 dans trois états métallurgiques différents : I) original, II) refroidi au four et III) refroidi à l'air. On présente a) la courbe majeure d'hystérésis et b) la tangente à la courbe B - H pour illustrer le niveau de saturation.	57
Figure 4.4	On compare l'analyse thermomagnétique de l'échantillon refroidi au four et de l'échantillon refroidi à l'air. Cinq paramètres sont recueillis automatiquement des courbes d'hystérésis : a) l'induction à saturation ($\mu_0 M_{sat}$), b) la densité de flux magnétique rémanente (B_r), c) la perméabilité relative maximale ($\mu_{r max}$), d) le champ coercitif (H_c) et e) l'aire de la courbe d'hystérésis normalisée par la densité (W_h). Les lignes continues moyennent les données et excluent les mesures aberrantes.	59
Figure 4.5	Cinq courbes B - H associées à l'état refroidi à l'air sont superposées pour montrer l'évolution des propriétés magnétiques en fonction de la température.	61
Figure 4.6	On présente la forme d'onde non contrôlée de la densité de flux magnétique sur la section de l'échantillon. Cette mesure a été prise à 75°C, et elle est associée à la courbe B - H de même température à la figure 4.5. Dans ce cas-ci, la dérivée temporelle de la densité de flux magnétique non contrôlée atteint 150 T/s.	62
Figure 5.1	On schématise les différentes définitions employées quant à l'incertitude calculée pour palier aux modèles imparfaits de mesure et à l'erreur inévitable entre le mesurande et la mesure.	64
Figure 5.2	Pour avoir une valeur précise du diamètre moyen de l'échantillon, on fait une analyse à partir de mesures prises à une trentaine de positions différentes. À chaque position, on mesure le diamètre minimal et maximal.	66
Figure 5.3	Modèle simplifié de l'architecture d'un enroulement encastré dans la céramique avec présence de courants de fuites interspise et, surtout, au travers de l'échantillon.	71
Figure 5.4	a) À partir du circuit équivalent, on montre la proportion du courant dans la bobine en fonction de la position pour une céramique ayant une résistivité de $10^0 \Omega \cdot \text{m}$ et une bobine particulièrement rapprochée de l'échantillon. b) La distribution des courants dans la bobine (en bleu) et dans l'échantillon (en rouge) est illustrée par des flèches ayant une aire proportionnelle à l'amplitude.	72

Figure 5.5	Modèle de deux enroulements encastrés dans la céramique. On évalue l'influence des fuites provenant du primaire sur la mesure de la tension induite au secondaire.	74
Figure 5.6	On présente la distribution d'un champ magnétique stationnaire de $H_0 = 16$ kA/m dans un échantillon toroïdal selon la loi d'Ampère. Le parcours magnétique variable au sein de la section influence l'amplitude locale du champ magnétique.	76
Figure 5.7	a) On présente la courbe d'hystérésis de trois matériaux fictifs. Seules les branches croissantes, au trait plein, sont étudiées. b) L'erreur absolue provenant du parcours magnétique non-uniforme est calculée. . .	79
Figure 5.8	Modélisation de l'erreur sur le champ magnétique due à l'effet de peau. Les résultats présentés sont obtenus par éléments finis dans un cylindre infini, où le champ magnétique est imposé en surface et orienté selon l'axe du cylindre. Pour évaluer le cas extrême, la perméabilité est considérée constante à $\mu_r = 800$, et la résistivité est faible, soit de $\rho_e = 27.5 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ (AISI 4340 à 25°C). Une excitation à un rythme de changement de 200 kA/(m·s) est utilisée pour obtenir le résultat dans cette figure.	80
Figure 5.9	Modélisation de l'erreur sur le champ magnétique due à l'effet de peau. Les résultats présentés sont obtenus par éléments finis dans un cylindre infini, où le champ magnétique est imposé en surface et orienté selon l'axe du cylindre. Pour évaluer le cas extrême, la perméabilité est considérée constante à $\mu_r = 800$, et la résistivité est faible, soit à $\rho_e = 27.5 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ (AISI 4340 à 25°C). Une excitation de 16 kA/m à 2 Hz implique un rythme de changement maximal de 201 kA/(m·s). . .	81
Figure 5.10	a) On étudie l'application du modèle pour deux points sur la courbe B - H . Ces deux points ont une vitesse d'excitation très similaire, mais la correction dB associée est soit b) grande à la coercivité ou c) petite à la saturation. Cette situation est possible, car la variation $\partial B / \partial t$, quant à elle, n'est pas la même à ces deux points.	81
Figure 5.11	Une mesure de la courbe d'hystérésis à 781°C est grandement affectée par les fuites de courants dans la céramique. Une correction est appliquée jusqu'à ce que la courbe ne présente aucune hystérésis. La pente devrait tendre vers la valeur de la perméabilité magnétique du vide. . .	83

Figure 5.12	a) Courbe d'hystérésis mesurée expérimentalement de l'échantillon refroidi à l'air (présenté à la section 4.1). b) Les incertitudes étudiées sont comparée en valeurs absolues pour la courbe d'hystérésis en a). Les barres d'incertitude ne sont pas présentées en a), car elles seraient majoritairement cachées par l'épaisseur du trait de la courbe. Les modèles d'évaluation de l'erreur sont essentiels afin d'orienter tout effort de perfectionnement du montage expérimental et de l'échantillon lui-même.	84
Figure 6.1	Fonctionnement schématisé d'une machine à enroulement pour des échantillons fermés de forme toroïdale.	88
Figure 6.2	Schéma du montage proposé pour placer adéquatement un échantillon dans un moule.	88
Figure A.1	Vues en coupe de deux dispositions d'enroulements pour générer un champ magnétique ainsi que pour mesurer le flux magnétique traversant un échantillon chauffé jusqu'à 900°C : a) l'excitation provient de bobines de Helmholtz à l'extérieur du four, et la bobine de mesure est aussi à l'extérieur du four ; b) les deux enroulements solénoïdaux sont à l'intérieur du four.	106
Figure A.2	On illustre un échantillon ferromagnétique ($B = \mu_0 \mu_r H$) de géométrie cylindrique avec une section $\pi d_0^2/4$ à l'intérieur d'une bobine de mesure de section $\pi d_2^2/4$ formée d'air ou d'isolation thermique ($B = \mu_0 H$). Un champ magnétique d'excitation \vec{H} est appliqué par une source non-illustrée.	106
Figure A.3	On trace l'amplitude du champ magnétique le long de l'axe central. Le solénoïde, plus étroit que les bobines de Helmholtz, permet d'obtenir la longueur d'uniformité désirée. Les bobines de Helmholtz fournissent nécessairement une uniformité supérieure aux besoins, car elles sont limitées par leurs rayons internes dus à l'isolation thermique.	109
Figure A.4	On fait une simulation éléments finis 2D axisymétrique d'une tige ferromagnétique de 10 cm de longueur et 10 mm de diamètre (section circulaire). a) On y illustre la distribution du champ magnétique à l'intérieur pour $\mu_r = 1000$. Les effets de bord (le champ démagnétisant) réduisent le champ magnétique local pour satisfaire la continuité de la densité de flux magnétique normale et du champ magnétique tangentiel. b) L'écrantage par les effets de bord est proportionnel à la perméabilité que l'on veut mesurer.	111

Figure A.5	Deux arêtes d'un cadre d'Epstein sont schématisées pour montrer le chevauchement des laminations aux coins.	111
Figure A.6	Un modèle éléments finis met en évidence les effets de bord dû à l'entrefer dans une géométrie en cadre. En tirant avantage de la symétrie, seulement le huitième de la géométrie est modélisé. Les conditions frontières sont annotées dans le plan 2D.	112
Figure A.7	a) Sans entrefer, il n'y a pas d'effet d'écrantage, le circuit magnétique est parfaitement fermé. b) En considérant un entrefer de 0.1 mm, les effets de bord ont un impact important sur le champ magnétique. Les deux simulations a) et b) considèrent une perméabilité constante et sans hystéresis ($\mu_0\mu_r = \partial B / \partial H = B/H$) de $1000\mu_0$ pour l'échantillon.	112
Figure A.8	Enroulement d'un fil autour d'une section rectangulaire : une source d'erreur se situe dans la détermination de l'aire de la bobine de mesure autour d'un échantillon de section rectangulaire.	113
Figure A.9	On compare l'évolution de la température du coeur d'acier – en surface (trait plein) ainsi qu'au centre (trait pointillé) – lorsque les spires en cuivre sont traversées par 70 A/mm^2 . Une isolation thermique minimale de 1.5 mm entre les deux bobines est nécessaire pour éviter une trop grande variation de température ($\sim 5^\circ\text{C}$) du coeur au cours d'une mesure de ~ 2 s.	117
Figure B.1	Les extrémités de chaque spire sont identifiées manuellement pour calculer leur diamètre.	119
Figure B.2	Les vecteurs rayons vers les extrémités intérieures et extérieures sont identifiés pour le calcul du diamètre d'une spire. L'enroulement illustré est choisi pour souligner la nuance entre le diamètre de la spire et la distance entre ses deux extrémités.	119
Figure B.3	On observe la distribution de diamètres de spires à la bobine de mesure calculée par traitement d'image. Une correction scalaire est appliquée à toutes les valeurs pour que le diamètre minimal coïncide avec le diamètre de l'échantillon. La figure comprend les diamètres moyens respectifs à chaque courbe et le diamètre de l'échantillon.	120
Figure C.1	On illustre les quatre méthodes de chauffe considérées dans ce travail (reprise de la figure 3.14).	122
Figure C.2	Augmentation de la résistance effective en fonction de la fréquence pour un échantillon toroïdal en acier de dimensions $D = 45 \text{ mm}$, $d_0 = 5 \text{ mm}$ et de propriétés $\rho = 27.3 \mu\Omega\cdot\text{cm}$, $\mu_r = 200$	125

Figure C.3	Section de l'échantillon toroïdal de diamètre d_0 , avec illustration à l'échelle de la profondeur de pénétration δ associée à l'effet de peau et qui correspond au quart de la section totale. Cette région d'épaisseur δ correspond approximativement à la zone de chauffe.	126
Figure C.4	La puissance transmise par induction est calculée pour une configuration de chauffe magnétique azimutale. Le modèle, développé pour les laminations prend les valeurs $B_r = 1.6$ T, $H_c = 3$ kA/m, $B_{sat} = 1.8$ T, $H_{sat} = 5$ kA/m, $\rho_e = 100 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ et $H_0 = 100$ kA/m pour un toroïde de dimensions $D = 45$ mm et $d = 5$ mm.	129

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

E	Champ électrique, V/m
D	Champ de déplacement électrique ou induction électrique, (A·s)/m ²
ϵ	Permitivité électrique, F/m
ρ_e	Résistivité électrique, $\Omega \cdot \text{m}$
J	Densité de courant, A/m ²
H	Champ magnétique, A/m
B	Densité de flux magnétique (ou induction magnétique), T
M	Magnétisation, A/m
m_m	Moment magnétique, A·m ²
Φ	Flux magnétique, Wb
μ	Perméabilité magnétique, (T·m)/A ou Wb/(A·m)
μ_0	Perméabilité magnétique du vide, (T·m)/A
μ_r	Perméabilité relative (au sens large), sans unité
A/m	Unité de champ magnétique (SI)
Oe	L'Oersted, une unité de champ magnétique (CGS)
T	Tesla, unité de densité de flux magnétique (SI)
Wb	Weber, unité de flux magnétique (SI)
emu	Unité de moment magnétique (CGS), 10^{-3} A·m
SI	Système internationnal d'unités (utilisé dans ce travail)
CGS	Système d'unités centimètre-gramme-seconde
AISI	Institut Américain de fer et d'acier (<i>American Iron and Steel Institute</i>)
ATM	Analyse thermomagnétique
FEM	Méthode des éléments finis (<i>Finite Element Method</i>)
VSM	Magnétomètre à échantillon vibrant (<i>Vibrating Sample Magnetometer</i>)
TTT	Transformations en température et en temps (diagramme de)
CCT	Transformations en refroidissement constant (diagramme de)

LISTE DES ANNEXES

Annexe A	CHOIX DE LA MÉTHODE DE MESURE MAGNÉTIQUE	102
Annexe B	CALCUL DU DIAMÈTRE MOYEN PAR TRAITEMENT D'IMAGES	118
Annexe C	ANALYSE EN TEMPÉRATURE	121

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

Les matériaux magnétiques sont essentiels au transport d'électricité, ils sont au coeur de la propulsion électrique et ils forment la base du stockage de l'information. Si ces trois domaines dominent le marché, il y a tout de même une liste interminable de mise en application de matériaux interagissant avec des champs magnétiques. Dans le cadre de ce travail, le traitement thermique par induction des surfaces en acier est l'application directe. Les pièces ainsi produites sont le fruit d'un processus de design qui implique assurément une certaine caractérisation des propriétés magnétiques. Celle-ci peut être qualitative, simplifiée, spécifique à leur contexte d'application ou bien modélisée par une dépendance à de nombreuses variables. Diverses méthodes et appareils facilement disponibles commercialement peuvent satisfaire à chacun de ces niveaux de complexité. Les matériaux magnétiques sont recensés selon leurs propriétés depuis longtemps, et les nouveaux matériaux, perfectionnés pour leurs applications, y sont comparés sans cesse. Dans un tel contexte, l'intérêt de revisiter les techniques de mesure peut sembler redondant. Néanmoins, on justifie ici cet intérêt par la relation peu étudiée entre le choix de la méthode de mesure et la mise en application des données dans le contexte du chauffage par induction, qui a la particularité d'impliquer des variations de température très grandes dans un court lapse de temps, ainsi que différentes phases métallurgiques d'un même échantillon d'acier.

1.1 Définitions et concepts de base

1.1.1 Les bases de l'électromagnétisme

Dans ce travail, on considère que le lecteur a une connaissance de base de la théorie électromagnétique classique. Les équations de Maxwell sont présentées comme point de départ et elles ne sont pas dérivées de leur forme intégrale :

$$\begin{aligned} \nabla \times \vec{E} &= -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} , & \nabla \cdot \vec{D} &= \rho_e , \\ \nabla \times \vec{H} &= \vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} , & \nabla \cdot \vec{B} &= 0 . \end{aligned} \tag{1.1}$$

Certaines hypothèses sont couramment utilisées et simplifient énormément les équations. L'approximation du bon conducteur ($\frac{\partial \vec{D}}{\partial t} = 0$) en est un exemple.

On fait régulièrement référence aux courants de Foucault, qui est le nom attribué aux courants

créés par une variation temporelle du champ magnétique au sein d'un milieu conducteur. On emploie plutôt le terme de courant induit, ou tension induite, lorsque le champ électrique de ce même phénomène est recueilli par un enroulement conducteur. Similairement, la notion de pertes est relative. Les courants de Foucault engendrent des pertes dans leur milieu. Bien qu'elles soient en général non désirables, ces pertes constituent une source de puissance recherchée dans le chauffage par induction.

L'induction électromagnétique est à la base d'un autre phénomène important : l'effet de peau. Il s'agit du phénomène par lequel un courant électrique alternatif est concentré en surface des conducteurs. Physiquement, la variation d'un champ électrique uniforme sur la section d'un conducteur crée un champ magnétique. Ce dernier forme une boucle fermée autour du vecteur de courant et, dans le cas d'une excitation sinusoïdale, varie lui aussi sinusoïdalement. Ainsi, un troisième champ, électrique cette fois, se forme au centre du champ magnétique. Par conservation d'énergie, ou par la loi de Lenz, il est intuitif que les deux champs électriques, parallèles, s'opposent. Cette opposition est plus forte au centre du conducteur, il y a donc une plus faible densité de courant au centre que sur les bords.

1.1.2 Notation utilisée

Les unités et équations utilisées dans ce mémoire sont conformes au système international (SI). Le champ magnétique H porte donc les unités d'ampère par mètre (A/m) au lieu de l'Oersted (Oe) propre aux unités centimètre–gramme–seconde (CGS). Le moment magnétique m_m s'exprime donc en ($A \cdot m^2$), soit l'équivalent des unités (emu), selon

$$m_m = \int_V M \, dV . \quad (1.2)$$

La magnétisation, M (A/m), est équivalente à la polarisation magnétique, $\mu_0 M$ en Tesla (T), selon

$$B = \mu_0(H + M) = \mu_0 H + \mu_0 M . \quad (1.3)$$

Pour ce travail, la quantité utilisée dans l'analyse est la densité de flux magnétique B . La référence au flux magnétique Φ implique nécessairement une intégrale de surface. Toujours en considérant leurs nuances, les trois quantités M , $\mu_0 M$ et B exprimant l'état de magnétisation sont homologues et elles peuvent en général être interchangées sans changer le sens de l'analyse.

1.1.3 Généralités de la courbe d'hystérésis

Tel qu'énoncé précédemment, les propriétés magnétiques ne se résument pas à une seule quantité. Dans ce travail, on fait référence à la relation entre le champ magnétique H et la densité de flux magnétique B . Pour un matériau ferromagnétique, elle porte le nom de courbe d'hystérésis, ou simplement courbe B - H . D'abord, cette relation a la propriété d'être non linéaire. Les matériaux ferromagnétiques ont une forte magnétisation à faible champ, puis l'énergie requise pour magnétiser davantage augmente rapidement. Bref, on tend vers la saturation magnétique du matériau. Une deuxième propriété de la courbe B - H d'un ferromagnétique est la présence d'hystérésis magnétique. Bien que le modèle physique soit abordé plus en détails dans la revue de littérature, on peut se limiter à dire que les propriétés magnétiques dépendent de l'historique des états de magnétisation local du matériau. Ceci s'illustre par la présence de branches dans la relation B - H . Lors d'une inversion de la dérivée du champ magnétique, une branche est formée. Une courbe d'hystérésis est schématisée à la figure 1.1 pour présenter les diverses définitions du tableau 1.1.

Tableau 1.1 Définition de quelques paramètres de la courbe d'hystérésis

Symbol	Unités	Description
H	[A/m]	Champ magnétique
B	[T]	Densité de flux magnétique ou induction
H_c	[A/m]	Champ magnétique coercitif
B_r	[T]	Induction rémanente
B_{sat}	[T]	Induction à saturation
μ_0	[H/m]	Perméabilité du vide
μ_r	[]	Perméabilité relative (au sens large)

Il est courant de parler de la perméabilité relative, mais sa définition peut porter à confusion. Elle est un modèle, un outil mathématique, pour représenter une multitude de phénomènes microscopiques et quantiques. La définition classique,

$$\begin{aligned}
 B &= \mu_0(H + M) \\
 &= \mu_0(1 + \chi)H \\
 &= \mu_0\mu_r H
 \end{aligned} \tag{1.4}$$

ne permet pas de représenter une courbe avec hystérésis. Il est alors commun d'évoquer la

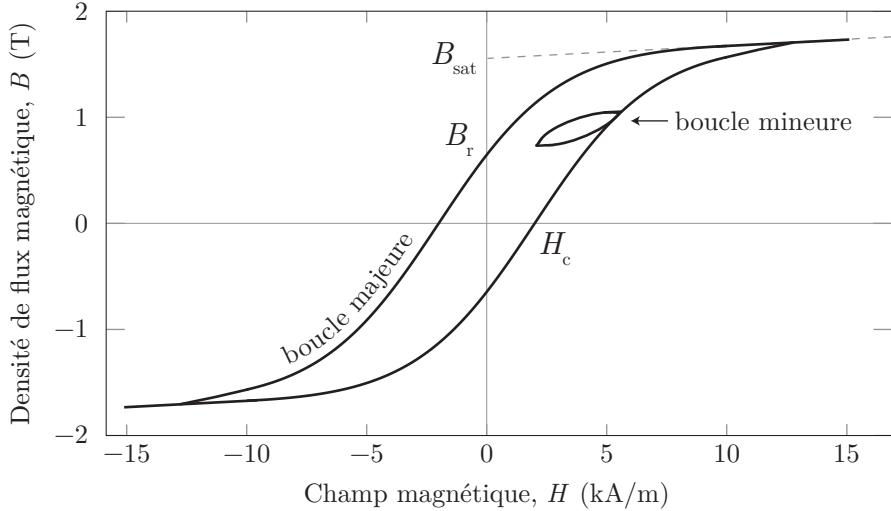


Figure 1.1 La boucle majeure de la courbe d'hystérésis, ici schématisée, représente les propriétés magnétiques d'intérêt dans ce travail. Une boucle mineure est incluse pour montrer le concept de «branche» dans la relation B - H .

perméabilité comme étant le lien entre les dérivées de B et de H , soit

$$\frac{\partial B}{\partial H} = \mu_0 \mu_r . \quad (1.5)$$

Cette définition devient très nuancée et elle nécessite une précision supplémentaire. Celle-ci est abordée dans la revue de littérature.

Toutes ces définitions permettent de décrire les propriétés magnétiques d'un matériau, soit leur courbe d'hystérésis, qui évolue aussi en fonction de la température. Le point de Curie, ou la température de transition paramagnétique, est la température à laquelle un matériau perd ses propriétés ferromagnétiques. Cette dépendance en température est un enjeu important dans ce travail.

1.1.4 La méthode des éléments finis

Plusieurs analyses sont faites par la méthode des éléments finis (*finite element method*, ou FEM). Pour ce faire, on emploie un logiciel commercial adapté aux équations en électromagnétisme. Celui-ci offre des outils de maillage, les formes faibles des équations ainsi qu'un solveur adéquat pour résoudre le problème. Nous ne développons pas les détails de la méthode puisque l'on se considère comme utilisateurs seulement.

Dans la construction de modèles FEM avec des axes de symétrie, on fait appel régulièrement à deux conditions frontières : l'isolation magnétique ($\vec{n} \times \vec{H} = 0$) et le conducteur parfait

$(\vec{n} \times \vec{A} = 0)$. Les deux conditions créent des symétries différentes. L'isolation magnétique implique une inversion de signe des courants qui a pour effet d'annuler tout champ magnétique perpendiculaire à la frontière. Le conducteur magnétique parfait, quant à lui, force le champ à être perpendiculaire à la surface.

1.1.5 La microstructure d'un acier

La dynamique de la microstructure de l'acier est une préoccupation importante. Elle est utile à la compréhension du traitement thermique et elle est nécessaire pour évaluer l'intégrité d'échantillon. On introduit ce terme, similaire à l'intégrité de surface, pour référer à la conservation de l'état initial de la microstructure de l'échantillon. Les effets de la température, des contraintes et des déformations sont étudiés dans la revue de littérature. Au cours de celle-ci, on considère un lecteur averti quant à la nomenclature des phases de l'acier : ferrite, austénite, cémentite, martensite, bainite et perlite. Dans le prochain chapitre, ces termes ne sont que survolés.

1.2 Éléments de la problématique

1.2.1 Le traitement thermique

On se penche sur une application en particulier des propriétés magnétiques : le chauffage électromagnétique. Plus précisément, c'est le durcissement de surface de pièces d'acier qui a motivé cette recherche. Le traitement thermique en question vise à former une couche martensitique en surface. La martensite est une structure de l'acier qui possède une très grande dureté et une microstructure bien différente des autres phases de l'acier. Pour obtenir une telle transformation, l'acier est chauffé au-delà d'une température critique où la phase ferritique se transforme en austénite. Celle-ci est habituellement au-dessus de 750°C, mais elle dépend de plusieurs paramètres. Puis, l'acier est refroidit rapidement (trempé) pour former une structure martensitique. Ce procédé permet d'adopter les propriétés de la martensite notamment la dureté, mais aussi la fragilité. Il y a un grand intérêt à restreindre la transformation à la surface. En jouant sur l'épaisseur de la phase martensitique, on optimise la performance globale de la pièce finale en tenant compte de son application. (Jacot, 1997)

Un même traitement thermique superficiel peut être obtenu par plusieurs méthodes différentes. Le chauffage par induction est une méthode parmi d'autres. Avec un champ alternatif de 10 à 500 kHz, on induit des courants de Foucault dans la pièce de travail. Ceux-ci dissipent une puissance résistive (effet Joule) qui se traduit en chaleur. Expliquée par l'effet de peau, une excitation à haute fréquence est confinée en surface du conducteur. On obtient une

chauffe essentiellement en surface, dont la distribution en profondeur est contrôlable avec la fréquence d'excitation.

Dans les géométries plus complexes qu'un cylindre, la profondeur de la transformation n'est pas uniforme sur la totalité des surfaces. Les courants de Foucault créent un champ magnétique qui interfère avec le champ d'excitation. Il est alors de plus en plus difficile de prévoir la température atteinte en fin de chauffe. Les techniques de modélisation par éléments finis sont un outil répandu pour mettre sur pied un profil de chauffe adapté à la géométrie et au matériau, telles qu'illustrées pour un engrenage à la figure 1.2. De nombreux essais en laboratoire sont tout de même nécessaires, mais une meilleure prédition de la puissance induite permet de réduire le temps de développement de cette recette de chauffe.

1.2.2 Propriétés magnétiques nécessaires aux simulations

Parmi les propriétés qui influencent grandement le cours d'une chauffe, on retrouve la chaleur spécifique, la conductivité thermique, la conductivité électrique et la perméabilité magnétique. Ces quatre paramètres doivent être modélisés en fonction de la température pour obtenir les meilleures simulations. Du côté du problème électromagnétique, la puissance transmise est fortement liée à densité de flux magnétique maximale. La saturation magnétique du matériau semble donc avoir une importance majeure sur cette puissance. Entre autres, le matériau localement saturé permettra une diffusion rapide du champ magnétique jusqu'en profondeur. On peut alors s'imaginer un front de densité puissance qui avance dans le matériau au même rythme que la profondeur de saturation croît. Ce phénomène a un impact considérable sur la puissance totale injectée ainsi que sur sa distribution spatiale sous la surface, soit deux facteurs qui sont importants à contrôler (et donc à prédire) lors d'un traitement surfacique par induction. Bref, la simulation par éléments finis se complique énormément lorsqu'une relation non-linéaire et hystérétique est considérée entre B et H .

Certains modèles se basent sur la réponse magnétique d'un échantillon exposé aux mêmes conditions : l'amplitude du champ magnétique, la fréquence d'excitation et la température. Cependant, lors d'une mesure des propriétés magnétiques dans les 10^4 Hz à 10^5 Hz, il est difficile de retracer la distribution de l'amplitude du champ magnétique à l'intérieur de l'échantillon et donc de calculer le volume affecté par le champ magnétique. On enregistre plutôt la puissance totale absorbée sous la surface en faisant les mesures sur une géométrie simple, soit un volume semi-infini par rapport à la profondeur de pénétration. Ces mesures sont mises à profit avec un modèle d'impédance de surface au sein d'une simulation par éléments finis dans le domaine harmonique. L'intérieur de la pièce ferromagnétique n'est pas simulé, mais une condition frontière sur la surface de la pièce permet de simuler son effet sur le champ ma-

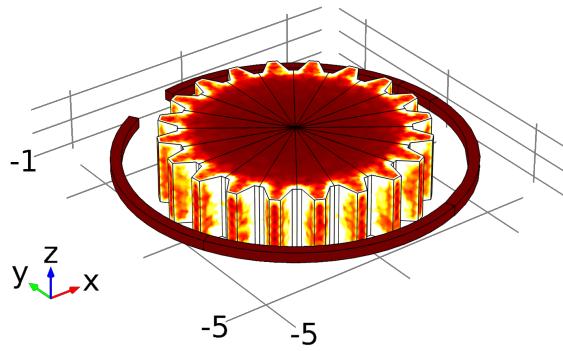


Figure 1.2 Illustration d'un engrenage modélisé par éléments finis pour simuler l'évolution de la température dans une pièce au cours d'un traitement thermique de surface.

gnétique dans l'air environnant. On calcule finalement la distribution de puissance absorbée par la surface en fonction du champ magnétique local de la solution.

Les diverses implications d'une relation non-linéaire entre B et H nous encourage à explorer les simulations éléments finis dans le domaine temporel, malgré leurs temps de calcul trop lents pour être compatibles avec les méthodes de prototypage industrielles. On explore l'idée d'un modèle avec une plus grande plage d'application par la possibilité d'extrapoler la réponse magnétique en fonction de la fréquence. Un point de départ pour un tel modèle est d'employer, en simulations transitoires, la réponse magnétique quasi-statique alors que la dépendance en fréquence est régie par les équations de Maxwell. Ceci permettrait de compléter les mesures effectuées en palliant aux défis de mesure à haute fréquence (>100 kHz), à grande puissance, aux géométries à fort impact sur la distribution de courant induits et aux problèmes multifréquenciers (200 kHz superposé à 10 kHz).

On soupçonne que les propriétés quasi-statiques, qu'on nomme intrinsèques dans ce travail, ne sont pas suffisantes en elles-mêmes pour formuler un modèle parfait pour la chauffe par induction. Certains phénomènes importants échappent à ces mesures et ils ne sont pas pris en compte par les équations de Maxwell. Malgré ce défi, ce travail se concentre à étudier les propriétés magnétiques quasi-statique, et ce, en fonction de la température. Une lacune sur ce modèle influence la profondeur de pénétration du champ et l'amplitude des courants de Foucault. Le point de Curie, souvent rapproché de la température critique d'austénitisation désirée, annonce une baisse considérable de l'efficacité de la chauffe dans les régions affectées. Cette température a une importance cruciale sur la qualité des simulations.

1.2.3 Solutions commerciales

La mesure des courbes d'hystérésis se fait couramment par des solutions commercialisées, telles que le *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM). La série 7400 de VSM par Lake Shore Cryotronics, Inc. offre l'analyse d'un échantillon de 10 g ayant un moment magnétique allant jusqu'à $1 \text{ A}\cdot\text{m}^2$ (10^3 emu). Pour mettre ces chiffres en contexte, un cube d'acier de 5 mm d'arête, magnétisé à 1600 kA/m ($\mu_0 M \simeq 2 \text{ T}$), a une masse d'environ 4 g et un moment magnétique de $0.2 \text{ A}\cdot\text{m}^2$. Ces appareils peuvent être équipés d'un four pour des mesures jusqu'à 1000°C . Il est courant que les échantillons soient découpés petits, puis polis pour réduire soit leur poids, soit leur moment magnétique, dans l'optique de respecter les limites de l'équipement. Ces manipulations peuvent aussi être effectuées pour diminuer l'incertitude sur le champ démagnétisant. Dans le cas d'échantillons très minces, on soupçonne que l'usinage a un impact considérable sur les propriétés magnétiques.

1.2.4 Préparation de l'échantillon et impact sur l'intégrité de surface

Le lien entre les différentes techniques d'usinage et leurs impacts sur les propriétés magnétiques n'est pas parfaitement clair. Il est connu, par contre, que le recuit, les contraintes et la déformation plastique affectent les propriétés magnétiques. Ces trois phénomènes sont inévitablement présents lors de l'usinage, mais leur amplitude en fonction de la profondeur sous la surface demeure difficile à évaluer. Par principe de précaution, on tente d'analyser des échantillons de grand volume, ce qui augmente la proportion de l'échantillon non affectée par les altérations en surface. (Cullity and Graham, 2009, p. 329)

1.3 Objectifs de recherche

Le but de ce travail est d'étudier les mesures magnétiques en température pour des échantillons volumiques. On divise cet intérêt en cinq objectifs de recherche.

Mise au point d'une méthodologie de mesure magnétique

Bien que le résultat de la méthode soit une série de mesures magnétiques, ce travail vise à mettre au point une méthodologie pour obtenir des mesures de qualité. Ceci inclut un travail exhaustif de comparaison de méthodes et de développement de bancs d'essai. Jusqu'à un certain point, la méthodologie doit considérer les domaines connexes tels que la préparation d'échantillons.

Étude en température

L'étude en température des propriétés magnétiques représente une prise de mesures régulière à partir de la température ambiante et jusqu'au-delà du point de Curie. L'analyse présente l'évolution en température de plusieurs paramètres de la courbe d'hystérésis.

Conservation de l'intégrité des propriétés initiales de l'échantillon

On étudie des échantillons qui ont un volume suffisamment grand pour négliger l'impact de l'usinage. Le choix de la méthode de mesure découle de cet objectif. De plus, l'intégrité des propriétés magnétiques initiales de l'échantillon doivent être conservées au cours du processus de mesure à haute température.

Analyse d'erreur

Une étude détaillée de la méthode est nécessaire pour identifier et évaluer les sources d'erreur affectant la mesure magnétique. Cette analyse doit considérer la température élevée d'opération et ses effets sur les divers matériaux utilisés. On peut ainsi définir une incertitude raisonnable reliée à chacune de ces sources d'erreur.

Mise en application

La méthode choisie est mise en application. L'étude de l'acier AISI 4340 sert comme première preuve de concept. Deux études sont faites. Une première détermine la courbe d'hystérésis à température ambiante, une deuxième relate l'évolution de cette courbe en fonction de la température.

1.4 Plan du mémoire

La suite de ce mémoire est séparée en cinq chapitres avant de conclure. On aborde davantage de concepts dans le prochain chapitre, soit la revue de littérature, pour mieux comprendre le problème électromagnétique et l'influence de la préparation d'échantillon. Au chapitre 3, on détaille la méthode développée dans ce travail et l'on montre sa mise en application au chapitre 4 en présentant les propriétés magnétiques de l'acier AISI 4340. Un travail considérable est fait pour analyser la méthode de mesure et pour définir une incertitude sur les valeurs d'une courbe d'hystérésis mesurée. Chacune des sources d'erreur est étudiée et comparée au chapitre 5. Le chapitre 6 identifie les aspects de la méthode qui doivent être améliorés dans une itération future du projet.

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE

2.1 La théorie électromagnétique

2.1.1 L'impact des domaines magnétiques sur la courbe d'hystérésis

Le mécanisme de magnétisation d'un matériau ferromagnétique est couramment modélisé par la subdivision du matériau en domaines ayant une orientation de magnétisation uniforme. On les nomme des domaines de Weiss et ils sont séparés par des parois de Bloch et parfois de Néel. Sous l'application d'un champ magnétique extérieur, les parois se déplacent en réorientant les moments magnétiques adjacents. La croissance des domaines qui ont une orientation similaire à l'excitation est favorisée. La magnétisation à l'échelle macroscopique est la somme vectorielle des moments magnétiques de chaque domaine. (Cullity and Graham, 2009, p. 302)

Lors de la magnétisation des domaines, un axe facile de magnétisation est favorisé. Il est lié à la structure cristalline sous-jacente au domaine magnétique. La grande majorité des aciers sont polycristallins. L'orientation de la structure cristalline est habituellement uniforme dans un grain, mais ce n'est pas le critère décisif. Un grain est délimité par des joints de grain définis comme une zone à très grande densité de défauts. Cette frontière permet un changement d'orientation de la structure de part et d'autre du joint de grain, ce qui influence l'axe facile local.

La position des parois de domaine magnétique a tendance à coïncider avec les défauts du matériau. Pour en nommer quelques-uns, on peut attribuer une influence aux dislocations et aux inclusions dans la structure cristalline. C'est ce qui s'appelle l'épinglement magnétique. Le comportement de la magnétisation du volume en est fortement influencé. L'effet Barkhausen est associé au mouvement rapide et saccadé des parois de domaine magnétique. L'épinglement augmente l'énergie nécessaire au déplacement des parois sous l'action d'un champ magnétique. Lorsque l'amplitude du champ est suffisante, l'épinglement cède et la paroi avance rapidement jusqu'à un nouveau système de défauts cristallins. Le modèle d'épinglement explique un processus irréversible de magnétisation, soit l'hystérésis magnétique. (Bertotti, 1998, p. 21)

2.1.2 Dépendance en fréquence de la courbe d'hystérésis

Dans ce travail, on adopte un modèle de propriétés magnétiques qui divise les effets de la fréquence en plusieurs groupes, chacun ayant une dépendance différente en fréquence. Le

modèle des pertes statistiques de Bertotti divise les pertes totales en trois composantes, exprimées en énergie par cycle par unité de masse (J/kg) :

$$W_{tot} = \frac{P_{tot}}{f} = W_h + W_{cl} + W_{ex} . \quad (2.1)$$

On les nomme les pertes par hystérésis W_h , les pertes classiques W_{cl} et les pertes excédentaires W_{ex} et leur puissance équivalente P_{tot} , P_h , P_{cl} et P_{ex} s'expriment en W/kg moyennant la masse volumique ρ_m .

D'abord, le phénomène d'hystérésis consomme une certaine énergie pour changer l'état de magnétisation. On considère ces pertes par cycle indépendantes de la vitesse de magnétisation, soit indépendantes de la fréquence. Dans une simulation éléments finis de chauffe par induction, les pertes par hystérésis sont calculées à partir du terme

$$P_h = \frac{1}{\rho_m} \frac{1}{t} \int_0^t H \frac{\partial B}{\partial t} dt . \quad (2.2)$$

L'énergie dissipée W_h au cours d'un cycle par unité de volume (J/kg) correspond à l'aire délimitée par la courbe d'hystérésis normalisée par la densité.

En deuxième lieu, les pertes classiques correspondent aux pertes par courants de Foucault, soit la densité de courant

$$\vec{J} = \nabla \times \vec{H} \quad (2.3)$$

dans un milieu conducteur. Ces courants sont induits par la variation de densité de flux locale et ils dissipent une puissance résistive en W/kg telle que

$$P_{cl} = \frac{1}{\rho_m} \frac{1}{t} \int_0^t \rho_e (\nabla \times \vec{H})^2 dt . \quad (2.4)$$

Une fréquence plus élevée augmente l'amplitude de cette densité de courants et la densité de puissance dissipée augmente selon une relation d'ordre 2.

Le troisième groupe est constitué de plusieurs phénomènes présents à l'échelle microscopique, et les pertes W_{ex} associées s'appellent excédentaires. Parmi ces phénomènes, il y a notamment un lien avec les sauts de Barkhausen où la variation rapide de la magnétisation locale (contribuant déjà aux pertes par hystérésis) est accélérée par une fréquence d'excitation accrue. À basse fréquence (<30 Hz pour certains matériaux dans certaines conditions (Wulf et al., 2000)), les pertes excédentaires (en J/kg) sont proportionnelles à la fréquence, tandis qu'une dépendance en \sqrt{f} est observée à plus haute fréquence. (Bertotti, 1998)

Le modèle emploie couramment les puissances, au lieu du champ magnétique, car il est plus

pratique de mesurer les pertes dans le volume étudié à haute fréquence que d'y mesurer la distribution de champ magnétique. Cependant, une diminution de l'énergie magnétique implique une altération du champ magnétique. Ces trois groupes, en terme de puissance, peuvent être exprimés par des contributions effectives en terme de champ magnétique :

$$H_{tot} = H_h + H_{cl} + H_{ex} . \quad (2.5)$$

Sans vouloir évaluer quantitativement chacune de ces contributions respectives, le travail dans ce mémoire vise à isoler la réponse magnétique associée à la courbe *B-H* intrinsèque. On veut alors réduire l'amplitude de H_{cl} et H_{ex} qui sont traités comme des champs d'écrantage fonction de la fréquence.

Ces deux premières contributions de pertes électromagnétiques dans un matériau ferromagnétique et conducteur, W_h et W_{cl} , sont bien représentées par une simulation FEM qui considère une courbe *B-H* hystérotique et indépendante de la fréquence. Leurs contributions respectives en fonction de la fréquence sont régies par les équations de Maxwell et elles ne nécessitent pas une relation empirique selon la fréquence et l'amplitude de champ. De plus, certains modèles simplifiés emploient une relation *B-H* non-linéaire sans hystérosis, et ils découpent les deux contributions.

Plusieurs analyses tentent d'expliquer quantitativement les pertes excédentaires. Celles-ci dépendent de la nature cristalline, de la fréquence d'excitation, ainsi que des propriétés électriques et magnétiques. Un modèle empirique des pertes, basé sur des mesures de puissance totale en fonction de la fréquence, de l'amplitude de champ et de la température, est une solution qui fait partie de nos travaux futurs. Une telle approche découpe les pertes excédentaires des deux autres sources, car les simulations impliquées ne considèrent pas la complexité des effets microscopiques sur l'amplitude du champ magnétique.

2.1.3 Discussion sur l'intérêt envers les propriétés intrinsèques

La séparation en trois contribution nous intéresse, car les mesures désirées sont utilisées dans une simulation par éléments finis où certains effets de la fréquence sont calculés (W_h et W_{cl}). De telles simulations calculent le champ magnétique dans tout le domaine, soit l'intérieur de la pièce et l'air environnante, à partir d'une courbe *B-H* indépendante de la fréquence tout en considérant l'hystérosis et les courants de Foucault induits dans une géométrie complexe. L'intérêt de cette simulation FEM est d'employer des mesures effectuées à basse fréquence et relativement faible amplitude de champ magnétique pour prédire la distribution de champ magnétique lors d'une chauffe par induction où les fréquences sont plus élevées (10^4 - 10^5 Hz)

et le champ d'excitation est fort (200 kA/m). De plus, on veut éviter de dédoubler l'effet des courants de Foucault, par exemple, en considérant une courbe d'hystérésis mesurée à la fréquence d'excitation simulée et ce dans une certaine géométrie, différente à celle simulée.

Il serait tout à fait possible d'employer un modèle où la création des courants de Foucault et les pertes excédentaires, lors des mesures, seraient incluses dans les propriétés utilisées dans les simulations. Ainsi, les propriétés d'intérêt ne se résumerait pas forcément à une courbe B - H , mais potentiellement une courbe de puissance injectée localement dans la pièce en fonction de la fréquence, de l'amplitude du champ magnétique en surface et de la température en surface. Celle-ci serait utilisée, par exemple, dans un modèle d'impédance de surface. Les courants de Foucault et les pertes excédentaires sont aussi influencés par la géométrie de l'échantillon ou de la pièce en question. Une attention particulière serait nécessaire lors de l'utilisation de ces modèles pour assurer que les mesures soient représentatives de la réalité. Cette approche n'a pas été retenue pour ce projet et elle dépasse le cadre de ce mémoire, on choisit plutôt d'explorer un modèle où on peut définir une composante indépendante de la fréquence.

2.1.4 Les diverses définitions de la perméabilité magnétique

Dans l'introduction, la perméabilité est présentée comme un paramètre aux nombreuses définitions. On rassemble au tableau 2.1 quelques exemples. Un premier point à souligner est la distinction entre $\mu_{r|\Delta}$ et $\mu_{r|d}$. Pour un matériau ferromagnétique, ces deux quantités sont forcément différentes, car la perméabilité différentielle $\mu_{r|\Delta}$ implique un renversement du flux magnétique. Ceci crée une boucle mineure. La pente de la courbe d'hystérésis $\mu_{r|d}$, quant à elle, est définie par un processus de magnétisation monotone jusqu'à saturation. Pour de très faibles variations du champ, il existe un régime linéaire et réversible où la tangente est identifiée par $\mu_{r|r}$. Comme deuxième point important, la perméabilité initiale relate à la courbe de première aimantation ou courbe vierge. On parle de courbe vierge d'aimantation lorsque le matériau est refroidi de sa température de Curie dans un environnement sans champ magnétique. Dans le cadre de ce travail, on réfère surtout à la pente de la courbe B - H et, lorsque cela est possible, on évoque le lien entre B et H par une relation non-linéaire, hystérétique et indépendante de la fréquence.

2.1.5 Effet de peau

L'effet de peau représente la tendance à concentrer la densité de courant en surface d'un conducteur. De manière analogue, une densité de flux magnétique alternative traversant un milieu conducteur est aussi confinée en surface. Dans le cas d'une relation B - H linéaire et

Tableau 2.1 Plusieurs définitions possibles de la perméabilité

Symbole	Définition	Description
μ_r	$B = \mu_0 \mu_r H$	Perméabilité relative (au sens large)
$\mu_{r d}$	$\mu_0 \mu_{r d} = \frac{dB}{dH}$	Pente de la courbe d'hystérésis
$\mu_{r \Delta}$	$\mu_0 \mu_{r \Delta} = \frac{\Delta B}{\Delta H}$	Perméabilité relative différentielle
$\mu_{r r}$	$\mu_0 \mu_{r r} = \lim_{\Delta H \rightarrow 0} \frac{\Delta B}{\Delta H}$	Perméabilité relative réversible
$\mu_{r i}$	$\mu_0 \mu_{r i} = \lim_{\substack{H \rightarrow 0 \\ B \rightarrow 0}} \frac{\Delta B}{\Delta H}$	Perméabilité relative initiale

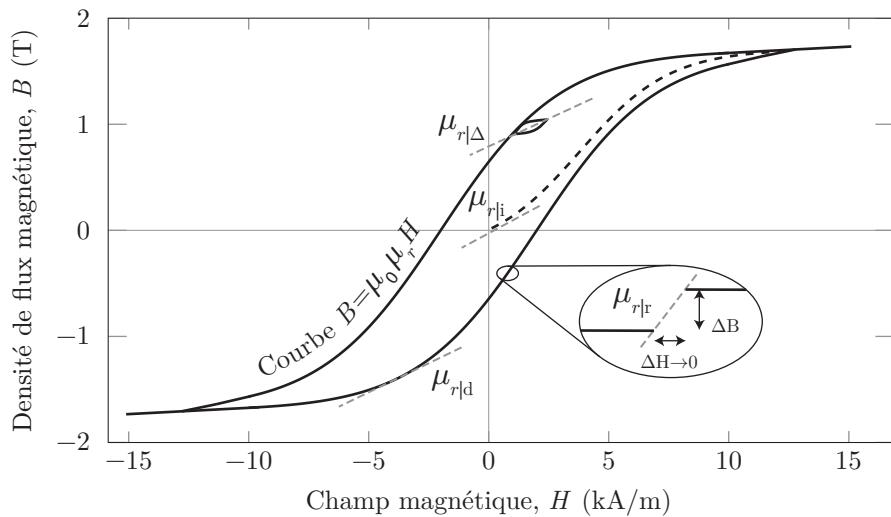


Figure 2.1 La boucle majeure de la courbe d'hystérésis, ici schématisée, illustre les diverses définitions possibles de la perméabilité magnétique.

d'une géométrie semi-infinie (voir figure 2.2), la distribution du champ magnétique décroît exponentiellement en fonction de la profondeur x sous la surface, située en $x = 0$, i.e.

$$H = H_0 e^{-x/\delta}, \quad (2.6)$$

$$\delta = \sqrt{\frac{2\rho_e}{\omega\mu_0\mu_r}}, \quad (2.7)$$

où $H_0 = H(x = 0)$. Dans cette équation, on emploie la résistivité électrique ρ_e , la fréquence angulaire ω et la perméabilité magnétique $\mu_0\mu_r$. En réalité, le lien non-linéaire et hystérotique entre B et H rend ce problème beaucoup plus compliqué et difficile à résoudre.

La *profondeur de peau* est couramment définie par le terme δ , c'est-à-dire la profondeur à laquelle l'amplitude du champ est de $e^{-1} = 36.8\%$ de sa valeur en surface. Dans ce travail, il est tout aussi intéressant de définir une profondeur $\delta_{0.9}$ à laquelle on observe une diminution de seulement 10% :

$$\delta_{0.9} = -\ln\left(\frac{0.9 H_0}{H_0}\right) \delta = 0.105 \delta. \quad (2.8)$$

Le phénomène d'effet de peau explique notamment l'augmentation de la résistance d'un fil en fonction de la fréquence. La section effective est modifiée lorsque le courant n'est pas distribué uniformément. Une inductance avec un coeur conducteur subit une diminution similaire de son inductance en fonction de la fréquence. Un modèle pour prévoir l'impédance équivalente d'un conducteur en considérant l'effet de peau est présenté par Fuse and Ametani (1992). Selon les paramètres schématisés à la figure 2.3, l'impédance équivalente d'une section arbitraire est donnée par

$$\begin{aligned} Z(\omega) &= \sqrt{Z^2(\omega \rightarrow 0) + Z^2(\omega \rightarrow \infty)} \\ &\simeq \sqrt{R_{DC}^2 + Z_{hf}^2}. \end{aligned} \quad (2.9)$$

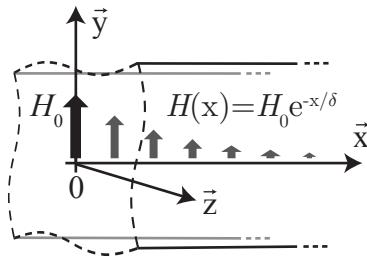


Figure 2.2 On illustre une géométrie semi-infinie dans laquelle la norme du champ magnétique H décroît exponentiellement en fonction de la profondeur x sous la surface.

Z_{hf} est l'impédance en considérant la totalité du courant comme étant uniforme sur la section définie par la profondeur de peau sous la surface. Le courant ailleurs est nul. Un tel modèle simplifient énormément l'analyse, autrement ardue, de la distribution de densité de courants au sein d'un conducteur. Cependant, ce modèle permet une analyse rapide de la résistance d'un fil conducteur en fonction de la fréquence, soit une analyse essentielle dans le dimensionnement d'un électroaimant.

2.1.6 La température de Curie et les modèles en température

La dépendance en température est mesurée en observant la magnétisation correspondant à une valeur de H choisie. Par simplicité, l'échantillon est mis dans un état de rémanence maximale alors qu'aucun champ magnétique extérieur n'est appliqué. Une méthode de type VSM, combinée à un four, enregistre l'évolution du moment magnétique jusqu'à la température de Curie. Les autres propriétés magnétiques ne subissent pas forcément une diminution au même rythme. La détermination de cette dépendance est appelée «analyse thermomagnétique». Pour la magnétisation rémanente et la magnétisation à saturation, on observe deux régimes importants. Sous la température de Curie ($T \ll T_C$), on observe une décroissance lente et constante de la magnétisation. Autour de T_C , la magnétisation chute rapidement pour tendre vers zéro. (Tavares et al., 1999)

On montre une analyse thermomagnétique typique à la figure 2.4. Deux branches sont présentes, soit les mesures lors de la chauffe et celles lors du refroidissement, car la chauffe crée un durcissement magnétique de l'échantillon. Ceci est provoqué par des transformations de la microstructure à haute température au cours de la durée de l'ATM. L'altération involontaire des propriétés de l'échantillon est abordée à la prochaine section.

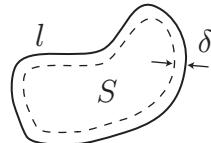


Figure 2.3 Soit une vue en coupe d'un conducteur de section arbitraire S et de périmètre l formé d'un matériau de résistivité électrique ρ et de perméabilité magnétique uniforme et constante μ . À la fréquence angulaire d'opération ω , la profondeur de peau est δ .

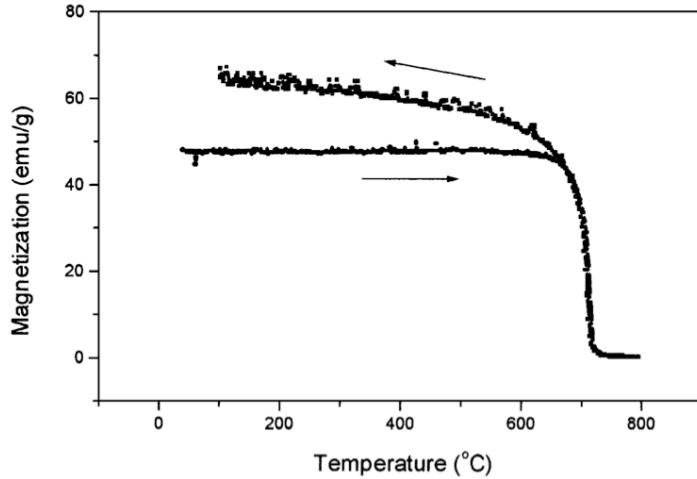


Figure 2.4 On montre une analyse thermomagnétique d'un alliage Fe-20Mo-5Ni-0.075C (% massique). La magnétisation à saturation est mesurée par un VSM lors de la chauffe et du refroidissement de l'échantillon, selon les flèches. Figure tirée des travaux de Tavares et al. (1999).

2.2 Mise en contexte métallurgique

L'acier peut se retrouver sous différentes phases métallurgiques, et ses propriétés magnétiques en sont grandement dépendantes. Dans cette section, l'acier est simplifiée à un alliage de fer et de carbone seulement. Le diagramme de phases illustré à la figure 2.5 en présente quelques unes, notamment la ferrite, l'austénite et la cémentite. Une courte description de ces phases suit ce paragraphe. D'autres arrangements de l'acier, qui sont des mélanges de deux phases ou une phase métastable, ne figurent pas sur la figure 2.5.

La ferrite Identifiée par α , elle est une phase du fer et de l'acier qui a une microstructure de type cubique centrée (BCC). Une distinction est faite avec la phase ferrite- δ , aussi cubique centrée, obtenue à très haute température.

L'austénite Cette phase γ , obtenue à haute température, possède une microstructure cubique face centrée (FCC). Ceci permet une plus grande solubilité du carbone ou autres atomes pouvant occuper les sites interstitiels.

La cémentite Aussi connue sous le nom de carbure (*carbide*), la cémentite est une phase commune dans l'acier. C'est un composé riche en carbone, de stochiométrie Fe_3C . Sa dureté est très élevée.

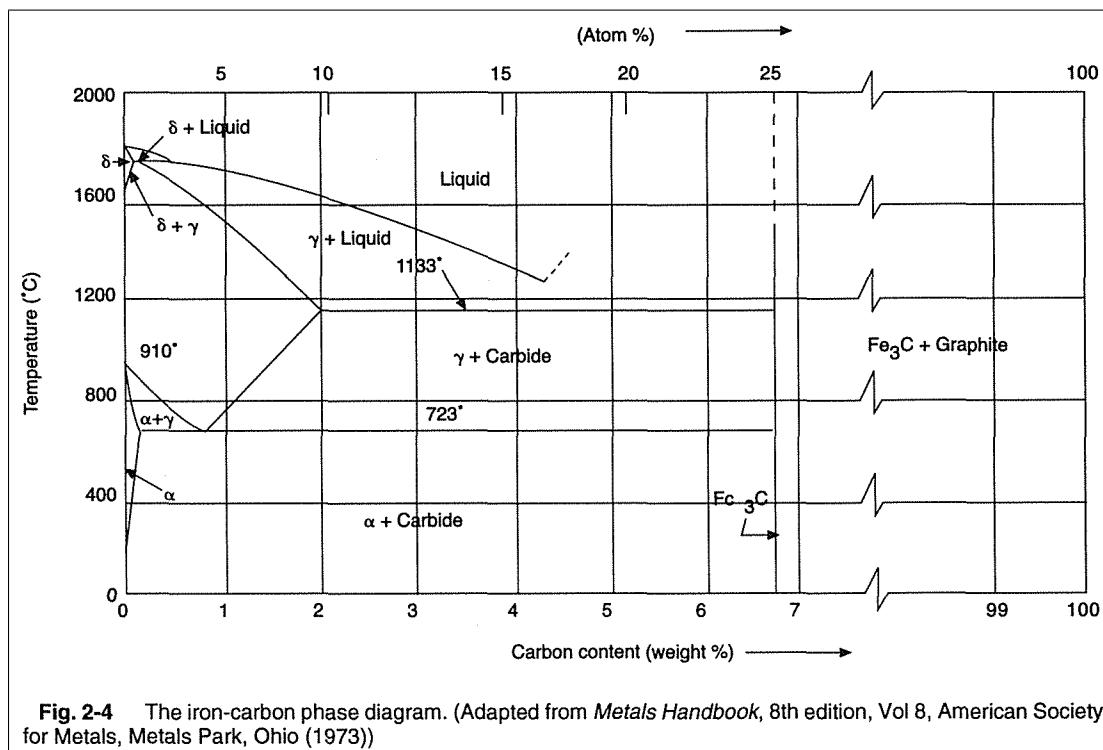


Fig. 2-4 The iron-carbon phase diagram. (Adapted from *Metals Handbook*, 8th edition, Vol 8, American Society for Metals, Metals Park, Ohio (1973))

Figure 2.5 Diagramme de phase fer-carbone. L'acier AISI 4340 est faiblement allié dont $\sim 1.8\%$ (% atomique) de carbone et $\sim 95\%$ (% atomique) de fer.

La bainite et la perlite Toutes les deux sont un mélange de ferrite et de cémentite obtenu à partir du refroidissement contrôlé de l'austénite. La bainite est un mélange formant une structure laminaire, tandis que la perlite a une structure aciculaire, dans laquelle il y a formation de bâtonnets de carbure.

La martensite Issue de la trempe (refroidissement rapide) à partir de l'austénite, la martensite est un état métastable et très dur. Le carbone y est en solution solide, mais sa ségrégation est inévitable s'il est exposé à des température moyennement élevée ($> 300^{\circ}\text{C}$). Des carbures entourés d'une matrice de ferrite se forment au fil du temps. Bien que ce processus est théoriquement actif à température ambiante, il prend des temps géologiques et il est grandement accéléré à plus haute température.

Cette section aborde l'influence de la microstructure de l'acier pour introduire et souligner la dépendance des propriétés magnétiques à l'historique thermique et aux contraintes mécaniques.

2.2.1 Lien entre les propriétés magnétiques et la température

Dans le cas de la chauffe par induction, qui constitue une application intéressante d'une analyse thermomagnétique, une température d'environ 800°C est atteinte dans un temps moyen de l'ordre de la seconde. Or, la microstructure des acier se transforme avec le temps à haute température. La mesure magnétique idéale serait complétée dans un intervalle de temps du même ordre de grandeur qu'une chauffe par induction. On évoque le concept d'intégrité d'échantillon pour avoir des mesures représentatives de l'état du matériau vierge en question. L'impact sur l'intégrité de l'échantillon dépend du couple température/durée, la durée étant le paramètre que l'on vise à minimiser. On aborde alors certains phénomènes en jeu lors d'une chauffe chez les aciers à faible teneur en carbone.

2.2.1.1 Diagrammes TTT et CCT

Les transformations de phase lors de traitements thermiques sont mises en évidence par les diagrammes de transformation en temps et en température (TTT) et par les diagrammes de transformation en refroidissement continu (CCT). Le diagramme TTT implique une austénisation initiale, une trempe jusqu'à la température d'intérêt, une période de transformation isotherme, puis un refroidissement jusqu'à la température ambiante. Le diagramme CCT s'adapte à une approche plus pratique. On considère un état initial austénitique, puis on impose une vitesse de refroidissement constante. En réalité, ces outils indispensables sont plus

flexibles et permettent de nombreuses analyses pour déterminer les phases obtenues après un traitement thermique. (Brooks, 1996, p. 3)

Ces deux types de diagrammes s'appliquent essentiellement à des aciers à l'état austénitique. Les effets de la chauffe des phases bainites ou martensitiques, par exemple, ne sont pas traités. En considérant l'objectif de conserver l'intégrité de l'échantillon, on doit surtout étudier les phénomènes axés sur la formation de carbure, la relaxation de contraintes, la mobilité des dislocations et la modification de la taille des grains.

2.2.1.2 Dynamiques de revenu et de recuit

Le processus de revenu peut se résumer grossièrement à la décomposition d'une structure martensitique en carbure entouré d'une matrice de ferrite en une phase riche en carbone soluble. Le processus peut être très rapide : seulement cinq minutes à une température de 400°C sont nécessaire pour réduire la microdureté de 30% dans le cas d'un acier au carbone à 0.2% C (da Cunha and Paolinelli, 2002, fig. 5-4). Bien que le lien vers les propriétés magnétiques ne soit pas évident, l'intégrité de l'échantillon tend à être compromise même par un revenu aussi court.

Un autre phénomène important en fonction de la température pour les aciers est le recuit. Le phénomène est séparé en trois étapes selon trois plages de température successives : la relaxation, la recristallisation et la croissance de grains. La première étape augmente la mobilité des dislocations et relaxe les contraintes internes, mais elle n'est pas reconnue pour influencer la taille des grains. Elle est encourue à basse température, autour de 200 à 600°C. La recristallisation forme de nouveaux grains, parfois avec des orientations préférentielles. La croissance des grains se fait au travers de l'absorbtion des petits grains par les grands grains.

La taille des grains est observée par da Cunha and Paolinelli (2002) en fonction de la température de recuit. La relation est exponentielle entre 600°C et 950°C. C'est un résultat attendu, mais on montre aussi l'influence du recuit sur la perméabilité relative et sur la magnétisation à 5 kA/m. L'augmentation de ces deux propriétés magnétiques est directe et on souligne l'importance de mesurer les propriétés magnétiques d'un échantillon dans les mêmes conditions thermiques que son utilisation. Une information pertinente de cet article (da Cunha and Paolinelli, 2002) est la comparaison entre la perméabilité d'un échantillon recuit avant l'usinage par rapport à un échantillon similaire, mais usiné et recuit dans l'ordre inverse. Une différence notable et systématique est observée pour des échantillons de l'ordre de 30 mm de largeur.

2.2.2 Lien entre les propriétés magnétiques et les contraintes

Pour évaluer l'impact des contraintes sur la courbe d'hystérésis, on doit aborder le phénomène de magnétostriction. Cette propriété est associée aux matériaux, autant monocrystallins que polycristallins, qui manifestent une variation de volume lorsque magnétisés. Ceci est associé à l'anisotropie des moments magnétiques dans la structure cristalline. La magnétostriction est donc un phénomène anisotrope. Lorsque le volume doit être conservé, la magnétisation crée des contraintes dans le matériau. Le phénomène inverse s'applique aussi : un champ de contraintes dans un volume fixe engendre une certaine magnétisation. C'est donc dans ce cas que la courbe d'hystérésis est modifiée par la présence de contraintes. (Cullity and Graham, 2009, p. 243)

On prend l'exemple du nickel où l'effet des contraintes est important.

«Pour un champ H de 800 A/m, une contrainte en compression de 70 MPa double approximativement la perméabilité μ , alors que la même contrainte en tension réduit μ jusqu'à un dixième de sa valeur au repos et rend la courbe $M-H$ presque linéaire. »(Cullity and Graham, 2009)¹

Pour le fer, l'analyse est plus compliquée. La magnétostriction est positive à faible champ et négative à fort champ. La magnétisation d'un échantillon sous contraintes en tension est donc accrue pour de faibles champs et réduite à la saturation.

2.2.2.1 Impact de la déformation plastique

La déformation plastique est une variation permanente du volume local en réaction à une contrainte trop élevée. Au niveau de la microstructure, la densité de dislocations augmente drastiquement. Il est connu que la mobilité des parois de domaines est réduite par la présence de défauts cristallins. La déformation plastique crée aussi un champ de contraintes résiduelles. Ces contraintes s'annulent sur le volume total, mais elles provoquent une anisotropie magnétique dans l'échantillon par magnétostriction. Cette anisotropie magnétique, quant à elle, ne s'annule pas lorsqu'on considère tout le volume. Une modification des propriétés magnétiques macroscopiques en découle.

2.3 Mesures des propriétés magnétiques intrinsèques

L'intérêt à rendre négligeable les effets liés à la fréquence lors de la mesure des propriétés magnétiques intrinsèques a été abordé aux sections 2.1.2 et 2.1.3. La courbe d'hystérésis

1. Traduction libre, p. 258-259

ainsi obtenue représente les propriétés magnétiques indépendantes de la fréquence. Il existe de nombreuses méthodes de mesures intrisèques, détaillées dans Fiorillo (2004), qu'on classe en trois catégories. On les présente brièvement, puis on étudie le fonctionnement des mesures dynamiques, soit l'approche adoptée dans ce mémoire.

2.3.1 Mesures de moments magnétiques statiques par induction

Une première catégorie de méthodes de mesures magnétiques inclut les magnétomètres à échantillon vibrant (VSM). Cette méthode mesure un moment magnétique, soit l'intégrale volumique de la magnétisation. L'échantillon est magnétisé par un champ uniforme et statique, tel que schématisé à la figure 2.6. La mesure se fait pour un point à la fois au sein de la courbe d'hystérésis. Plusieurs bobines de mesures sont positionnées à l'intérieur de ce champ et elles sont assez loin de l'échantillon pour qu'il soit considéré comme un dipôle magnétique. Un mouvement relatif entre les bobines et l'échantillon permet de créer une variation de flux uniquement relié au moment magnétique de l'échantillon. Certains montages font vibrer l'échantillon alors que d'autres ont des bobines mobiles. La direction de magnétisation dans l'échantillon par rapport au champ magnétique ne doit pas varier lors du mouvement. (Fiorillo, 2004, p. 500)

2.3.2 Mesures de moments magnétiques par la force

Le moment magnétique est déterminé en mesurant la force exercée sur un échantillon magnétisé dans un gradient de champ magnétique connu. Une première composante du champ magnétique est statique et uniforme. Elle est responsable de la magnétisation de l'échantillon, mais elle n'applique aucune force directement sur l'échantillon. Un second champ, superposé, forme un gradient selon un axe. L'échantillon est assez petit pour être considéré comme un dipôle magnétique. Une force proportionnelle au moment magnétique est observée sur l'échantillon. Les magnétomètres à torsion mesurent un moment de force, alors que les magnétomètres de Faraday mesurent une force linéaire qui est soit parallèle au champ magnétisant, ou soit perpendiculaire. (Fiorillo, 2004, p. 561)

2.3.3 Mesures dynamiques

Les méthodes dynamiques, appliquées dans les montages nommés hystérésigraphes, mesurent la variation de flux magnétique $\partial\Phi/\partial t$ par la tension induite dans une bobine. On schématise ce concept de mesure à la figure 2.7. Bien qu'il soit possible d'appliquer cette technique avec une seule bobine, une configuration à deux bobines est plus courante où l'une d'entre elles

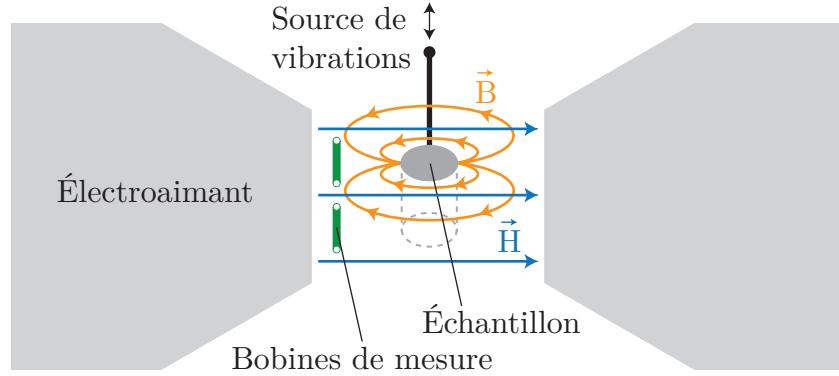


Figure 2.6 L'approche VSM consiste à faire vibrer un échantillon à l'intérieur d'un champ magnétique uniforme et constant. Des bobines de mesures captent les oscillations du flux magnétique résultant du mouvement de l'échantillon, qui est considéré comme un dipole magnétique.

génère le champ magnétique alors que la deuxième bobine mesure le rythme de variation du flux magnétique qui traverse sa section. Lors du traitement de données, on relie le courant d'excitation à l'amplitude du champ magnétique H en connaissant la géométrie de la bobine responsable de l'excitation magnétique. Puis, on calcule l'intégrale temporelle de la tension induite dans une bobine pour obtenir le flux magnétique Φ , ou soit la densité de flux magnétique B moyennée sur la section S telle que

$$\Phi = \vec{B} \cdot \vec{S} . \quad (2.10)$$

Par définition, le champ magnétique n'est pas statique. Or, on tend vers des fréquences très basses de l'ordre de 0.1 Hz, ce qui équivaut pour un sinus à un rythme de variation maximal $\partial H / \partial t$ de 60 kA/(m·s) ou $\partial B / \partial t$ de 1.3 T/s.

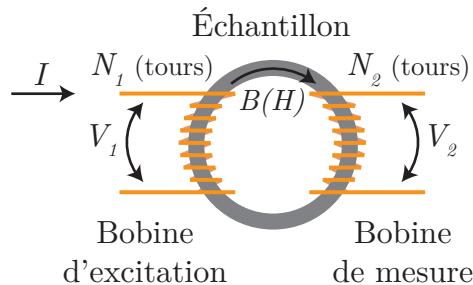


Figure 2.7 L'approche inductive consiste à mesurer la variation de flux magnétique résultant d'une excitation dynamique au sein d'un matériau avec une courbe B - H d'intérêt.

2.3.3.1 Exemples de mise en application

Les aspects communs aux différents hystérésigraphes sont un échantillon fermé, une configuration à deux bobines, un contrôle de la variation de densité de flux magnétique ($\partial B / \partial t$) et une compensation analogique du flux magnétique associée à la perméabilité du vide. Une grande attention est portée sur le bruit de l'amplificateur intégrateur servant à la mesure du flux. (Fiorillo, 2004, p. 340)

Wulf et al. (2000) s'intéressent aux mesures à très basse fréquence, dites quasistatiques. Ils soulignent leur importance en identifiant une augmentation de coercivité d'environ 50% entre une mesure à 0.05 Hz et une mesure à 1 Hz. L'échantillon est sous forme de laminations et la magnétisation est considérée comme uniforme dans la section. Une méthode de correction de mesures dynamiques (5 Hz) est élaborée. À partir de mesures à deux fréquences différentes, on obtient une courbe d'hystérésis corrigée équivalente à celle d'une mesure à 0.1 Hz.

Plusieurs travaux montrent la mise en oeuvre de montages à grande répétabilité pour des analyses thermomagnétiques. Wu et al. (2014) montrent la conception d'enroulements réutilisables pour des géométries fermées pouvant atteindre 300°C.

2.3.3.2 Standards industriels (norme A773/A773M - 14)

Pour identifier les pratiques courantes dans l'industrie des hystérésisgraphes, on se réfère à deux standards émis par la Société Américaine de Tests et Mesures (ASTM). Un premier est adapté aux matériaux magnétiques peu coercitifs (A773/A773M - 14, 2014), alors que le deuxième est plus approprié pour les aimants et les matériaux à grand champ coercitif (A977/A977M - 02, 2002). Pour l'étude des aciers, on se concentre sur la norme A773/A773M - 14.

Montage et préparation d'échantillons

On y retrouve les mêmes recommandations qu'énoncées par (Fiorillo, 2004) en ce qui a trait à l'échantillon :

- un échantillon fermé,
- une configuration à deux bobines,

et au montage dans son ensemble :

- un contrôle du rythme de variation de la densité de flux magnétique ($\partial B / \partial t$),
- une compensation analogique du flux magnétique associée à la perméabilité du vide.

On note toutefois quelques définitions supplémentaires, notamment en ce qui concerne les dimensions de l'échantillon, telles que :

«Lorsque l'incertitude sur la longueur du parcours magnétique (la plus courte ou la plus longue, relativement à la longueur moyenne du parcours moyen magnétique) dépasse $\pm 1\%$, les valeurs obtenues doivent être déclarées comme des propriétés du coeur au lieu des propriétés de base du matériau. »(A773/A773M - 14, 2014)

D'autres recommandations incluent une limite de 1% sur l'incertitude liée à l'aire de la section d'échantillon et une analyse de l'intégrité de l'échantillon suite à l'usinage. On soulève aussi le point qu'un écart de coefficient de dilatation thermique implique des contraintes, soit en tension, soit en compression, qui sont tout les deux néfastes aux mesures intrinsèques. La solution recommandée laisse suffisamment d'espace entre les enroulements et l'échantillon pour permettre une variation de volume sans contraintes :

«Des échantillons de matériaux sensibles aux contraintes doivent être protégés par une boîte non magnétique et non conductrice avant l'application des enroulements primaire et secondaire [...]. À fort champ magnétique, une correction du flux dans l'air est typiquement nécessaire avec l'emploi de boîtes pour le coeur. »(A773/A773M - 14, 2014)

Analyse numérique

Telle que mentionné, la norme recommande la possibilité de contrôler le rythme de magnétisation sous forme d'un $\partial B / \partial t$ constant au sein du programme informatique d'acquisition et d'analyse. La mesure de la dérive de B doit être faite au cours d'une acquisition de 20 secondes au démarrage des instruments. Une période de réchauffement des instruments s'impose. La courbe d'hystérésis peut être recentrée pour assurer une symétrie maximale.

Dans le cas d'une bobine d'excitation à géométrie fermée ayant un diamètre d'anneau D et à section circulaire, le champ magnétique généré en fonction du courant I traversant ces N_1 spires est

$$H = \frac{N_1 I}{\pi D} . \quad (2.11)$$

Ceci est une approximation, car le champ calculé est celui au point central de la section de la bobine alors que le champ magnétique réel est plus fort vers l'intérieur de l'anneau et plus faible vers l'extérieur de l'anneau. Cette approximation est la cause de la recommandation sur l'uniformité de la longueur du parcours magnétique précédemment évoquée.

Le flux magnétique Φ traversant les N_2 spires de la bobine de mesure induit une tension V_2 à ces bornes telle que

$$V_2 = -N_2 \frac{\partial \Phi}{\partial t} . \quad (2.12)$$

Avec la mesure de ce flux total

$$\Phi = \int \frac{-V_2}{N_2} dt , \quad (2.13)$$

on calcule une densité de flux magnétique B moyennée sur la section S telle que

$$\Phi = \vec{B} \bullet \vec{S} . \quad (2.14)$$

On considère une densité de flux magnétique parfaitement perpendiculaire à la section traversée au sein de chaque spire, soit

$$\Phi = B \cdot S . \quad (2.15)$$

Précision et biais de mesure

Pour évaluer la précision des méthodes, A773/A773M - 14 (2014) ont fait circuler trois échantillons de matériaux différents dans dix laboratoires pour comparer la mesure de leurs courbes d'hystérésis :

- a) Alliage à forte perméabilité Ni-Mo-Fe ($\mu_{r|max} \sim 370 \times 10^3$),
- b) Fer de grande pureté ($\mu_{r|max} \sim 10.9 \times 10^3$),
- c) Acier inoxydable ferritique ($\mu_{r|max} \sim 1.23 \times 10^3$).

Il est conclu que la densité de flux magnétique maximale et rémanente sont deux quantités mesurées avec une grande reproductibilité inter-laboratoire. À l'opposé, la reproductibilité est minimale pour la mesure de la perméabilité maximale et du champ magnétique coercitif. Le manque de reproductibilité provient de la difficulté à centrer la courbe d'hystérésis. L'erreur produite lors de la mesure de très faibles courants est limitante. Le biais de mesure a été déterminé à l'aide de mesures références effectuées au National Physical Laboratory, Teddington, UK. Le biais minimal est associé à B_{max} , avec une valeur maximale de 0.13%. Le biais maximal est sur H_c , avec 34.7%. Le champ maximal est prescrit à 4 A/m, 400 A/m, 1200 A/m pour les échantillons a, b et c respectivement. (A773/A773M - 14, 2014)

CHAPITRE 3 PRÉSENTATION DE LA MÉTHODE

L’élaboration d’une technique fonctionnelle de caractérisation de la courbe B - H des aciers entre 20 et 900°C est présentée. Les mesures obtenues par cette méthode peuvent être utilisées en modélisation par éléments finis dans des situations transitoire où la courbe d’hystérésis est balayée en entier. Une particularité de ce travail est la capacité de faire une étude en température, soit une analyse thermomagnétique. Pour réduire tout impact possible sur la microstructure, la chauffe doit être rapide, soit quelques minutes seulement avant d’atteindre la température maximale. Ceci implique de développer un montage et une méthode capable de :

- mesurer la courbe d’hystérésis majeure à forte saturation ;
- mesurer l’évolution de la courbe d’hystérésis magnétique majeure jusqu’au-delà du point de Curie ;
- éliminer les effets de la fréquence et toute autre source d’erreur ;
- conserver l’intégrité des propriétés magnétiques de l’échantillon suite à i) la préparation d’échantillon et à ii) une chauffe soutenue ;
- estimer une incertitude pour les mesures de la courbe d’hystérésis.

Une grande partie du processus d’essai-erreur ayant conduit au choix du montage final se retrouve en annexe pour alléger le texte. Plusieurs des méthodes analysées ne sont pas utilisées dans l’approche finale retenue, mais elles ont été jugées utiles à documenter afin de mettre en évidence les failles observées et d’éviter de refaire inutilement ce travail dans le futur. Ces méthodes représentent un travail d’exploration substantiel, et certaines d’entre elles, même si non retenues ici, pourraient s’avérer utiles dans un autre contexte. Aussi, le fait de justifier les rejets ajoute un poids significatif au choix de la technique finale de mesure.

Dans ce chapitre, on présente le montage et la méthode finale. Certaines des sections comportent leur preuve de concept où un test est élaboré pour se convaincre du bon fonctionnement d’une approche. On sépare le chapitre en cinq sections suivies d’une conclusion. On commence par aborder la méthode de mesure dans son ensemble afin de présenter les divers éléments du montage et son fonctionnement général. Dans la deuxième section, on entre dans les détails du programme informatique assurant le contrôle des conditions expérimentales. En troisième lieu, on présente un aspect novateur de ce travail, soit l’architecture de l’échantillon. Dans la section 3.4, on détaille le calcul de la courbe B - H finale à partir des données brutes. Enfin, la cinquième section du chapitre aborde l’aspect thermique, incluant la méthode de chauffe et l’impact des flux de chaleur lors de mesures magnétiques.

3.1 Équipements et éléments du montage

Avec les informations de la revue de littérature, notamment les recommandations de la norme A773/A773M - 14 (2014), on choisit une méthode de type hystérésigraphe, schématisée à la figure 3.1. On emploie un échantillon fermé, une bobine d'excitation pour créer le champ magnétique et une deuxième bobine pour mesurer la réponse magnétique de l'échantillon (voir figure 3.1). Un travail substantiel a été nécessaire pour adapter cette méthode à une chauffe rapide à haute température. La réflexion approfondie sur le choix de la méthode dont la géométrie de l'échantillon est présentée dans l'annexe A. Cette réflexion montre que la méthode à deux bobines est adaptée à des matériaux de faible coercivité, que l'échantillon peut avoir un très grand volume, et que l'analyse des résultats est simple tant qu'un échantillon fermé est employé. D'autre part, l'annexe A.2 aborde la décision de développer des bobines adaptées pour les hautes températures au lieu d'employer des bobines thermiquement isolées de l'échantillon.

La méthode proposée combine la chauffe rapide et les mesures magnétiques réalisées en alternance. Un aspect important est le partage de l'amplificateur de puissance, i.e. à la fois le courant de chauffe que le courant d'excitation proviennent de cette même source. La bobine d'excitation sert d'élément chauffant lors d'une période de chauffe. De plus, elle engendre un champ magnétique à haute fréquence pour injecter une puissance thermique provenant des courants de Foucault et des pertes par hystérésis dans l'échantillon.

Le montage complet, schématisé à la figure 3.2, permet d'automatiser la mesure de la courbe d'hystérésis majeure à des intervalles de température réguliers jusqu'à 900°C. Cette section survole chacun des éléments du montage. D'autres aspects de la méthode, par exemple l'architecture du programme de contrôle, sont abordés dans des sections dédiées.

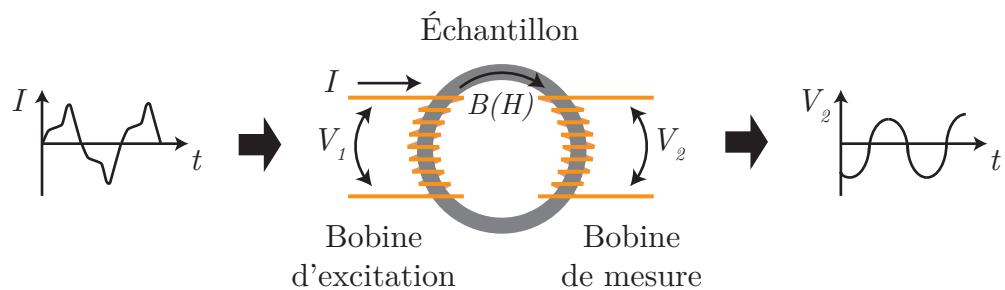


Figure 3.1 Schéma d'un hystérésigraphe avec un échantillon fermé.

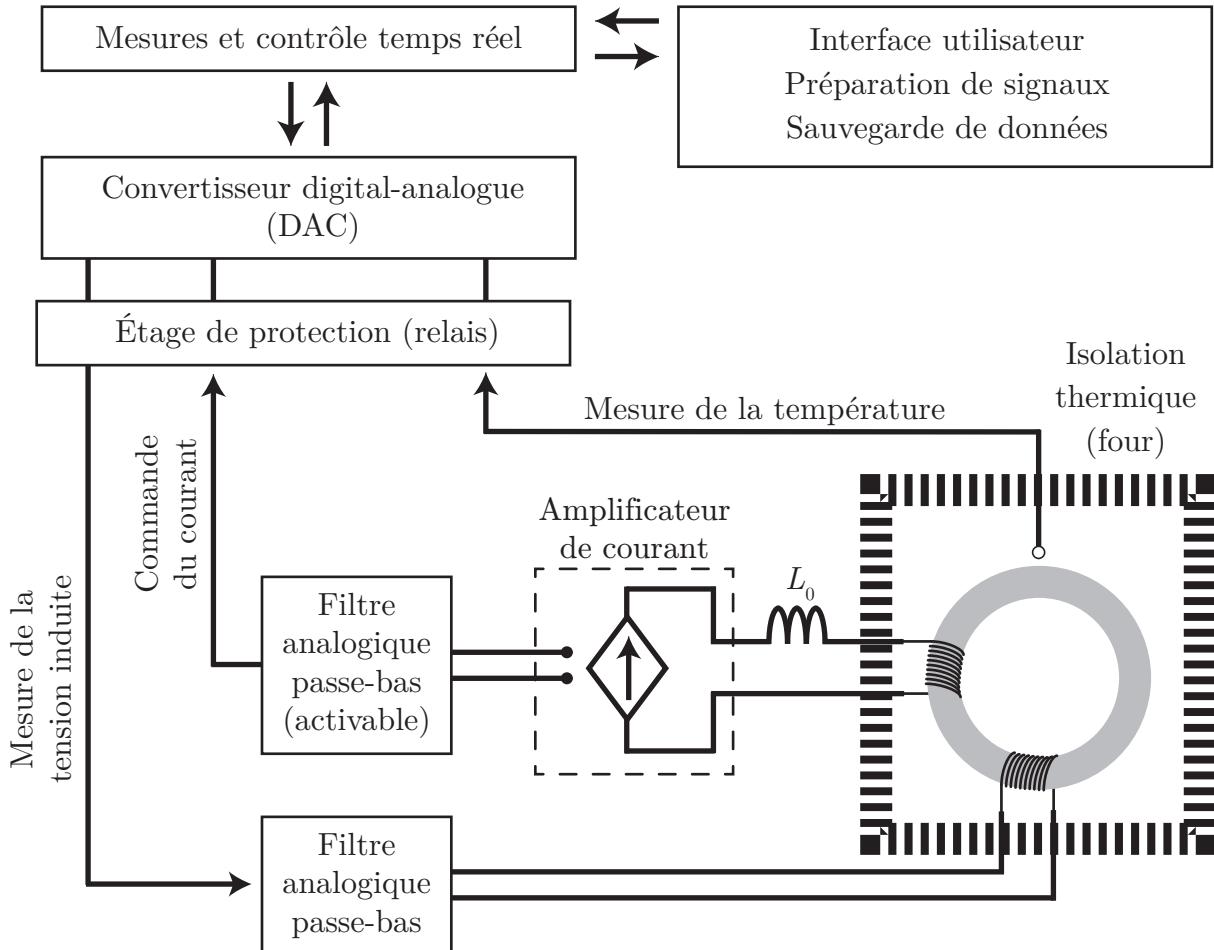


Figure 3.2 On présente un schéma du montage. Le logiciel *Labview* est employé pour contrôler les conditions expérimentales avec la carte NI-6323, qui assure la conversion numérique-analogique (DAC). Le courant d'excitation est obtenu directement de la carte de contrôle embarquée de l'amplificateur *AE Techron 7796*. Une inductance L_0 de $150 \mu\text{H}$ sert à stabiliser la boucle de contrôle du courant de l'amplificateur. La tension induite dans la bobine de mesure, provenant de l'échantillon, est isolée de la carte d'acquisition par un relais pour protéger l'instrument lors d'un pulse de chauffe.

3.1.1 Programmation

L'environnement Labview a été choisi afin de contrôler les conditions expérimentales. Il a été choisi pour sa simplicité et son implémentation répandue dans le laboratoire. Le programme permet l'automatisation des mesures magnétiques et de la chauffe de l'échantillon. Ce contrôle précis de l'alternance mesure-chauffe réduit la durée de l'analyse thermomagnétique. Les fonctionnalités du programme incluent une interface utilisateur, une boucle de rétroaction pour contrôler la densité de flux magnétique, une gestion de la chauffe et un système de sauvegarde de données. Le programme est présenté plus en détail à la section 3.2.

3.1.2 Étage de protection

Lors d'une phase de chauffe, de forts champs magnétiques à haute fréquence (3 kHz) induisent des tensions dans la bobine de mesure pouvant atteindre 120 V. La carte d'acquisition ne peut pas supporter une tension supérieure à 30 V sans l'endommager. On doit installer un étage de protection. Le choix retenu a été d'employer des relais pour isoler la carte d'acquisition de l'échantillon lors d'une phase de chauffe. L'isolation électrique des relais est limitée à 150 V.

3.1.3 Filtres

Les filtres analogiques protègent la mesure de la tension induite et la commande de l'amplificateur de puissance en réduisant le bruit à haute fréquence. Les deux filtres sont passifs, de type résistance-condensateur (RC). La fréquence de coupure est de 200 Hz. Quant à la mesure du courant et de la température, elles sont filtrées numériquement.

3.1.4 Amplificateur et inductance

L'amplificateur de puissance est de marque *AE Techron*, soit le modèle 9976. On choisit le contrôle en mode courant. Cet amplificateur possède une réponse en fréquence allant jusqu'à 50 kHz. Une fréquence maximale de 1 kHz est suffisante pour les mesures magnétiques.

Le montage actuel inclut une inductance identifiée L_0 au schéma, qui sert à pallier la variation d'inductance de la bobine d'excitation lors de la saturation de l'échantillon. Selon le manuel d'opérateur, le circuit de contrôle de cet amplificateur nécessite une compensation de la charge si l'inductance de celle-ci est supérieure à 1 mH ou inférieure à 200 μ H, considérant une résistance de moins de 5 Ω . Dans notre cas, la bobine d'excitation possède une inductance variable puisque le coeur ferromagnétique est porté jusqu'à la saturation. L'inductance à faible champ peut être aussi grande que 4 mH alors que l'inductance à fort champ, soit

au-dessus de la saturation du coeur, est d'environ $20 \mu\text{H}$. On a observé que pour assurer la stabilité de la boucle de contrôle, l'inductance minimale doit être respectée ou compensée. L'option la plus simple a été d'ajouter une inductance de $150 \mu\text{H}$, ayant une résistance série négligeable de $8 \text{ m}\Omega$, en série avec la bobine d'excitation. Avec cette inductance supplémentaire, la boucle de contrôle demeure stable au cours des mesures magnétiques et de la chauffe, et la chute de potentiel dans cette inductance est de l'ordre de 1 V seulement lors des mesures magnétiques.

3.1.5 Contrôle de la température

La température est mesurée par un thermocouple de type K à la surface de l'échantillon. Une mince couche d'isolation électrique sépare le thermocouple de l'échantillon. La tension est mesurée en configuration différentielle par la carte NI-6323 à 16 bits de précision et 0.2 V de sensibilité. L'échantillon est chauffé lors d'une phase de chauffe entre deux mesures magnétiques. Tel qu'expliqué précédemment, la chauffe utilise la bobine d'excitation simultanément comme un élément chauffant et un inducteur pour maximiser la puissance transmise à l'échantillon. Pendant ce temps, l'étage de protection doit isoler la carte d'acquisition de la bobine de mesure pour éviter une surtension. On réserve un temps de 1 seconde entre la phase de chauffe et le début de la mesure pour favoriser une mesure isotherme.

3.2 Programme de contrôle des conditions expérimentales

Le programme, ses annotations et sa documentation, supplémentaires à ce mémoire, se veulent pédagogiques pour assurer sa pérennité. Dans cette section, on se contente de montrer le rôle du programme Labview. Une particularité est l'utilisation d'un système d'opération temps réel sur un des deux ordinateurs pour permettre le contrôle numérique de la densité de flux magnétique. Il est à noter qu'au moment de l'écriture de ce mémoire, le montage n'utilise pas cette capacité de rétroaction, mais que la densité de flux magnétique est plutôt contrôlée par une approche itérative. Ci-dessous, on aborde alors rapidement l'architecture et les fonctionnalités du programme.

3.2.1 Boucle de contrôle temps réel

Le programme Labview est divisé en deux grandes sections, exécutées sur deux ordinateurs différents, selon la figure 3.3. L'ordinateur principal assure l'interface graphique pour l'utilisateur, la création des vecteurs de commandes et la sauvegarde des données. L'ordinateur auxiliaire, quant à lui, fonctionne avec un système d'opération cadencé développé par *Natio-*

National Instruments pour le contrôle en temps réel. La carte NI-6323 est utilisée pour l'acquisition et la génération de signaux. Les tensions sont mesurées en configuration différentielle avec 16 bits de précision et une sensibilité allant de 0.2 V à 10 V, en fonction de l'amplitude typique de la quantité mesurée.

Au cours d'une mesure magnétique, l'acquisition et la génération de signaux sont faites dans une boucle de 2 ms (très précisément), qui est schématisée à la figure 3.4. Il est raisonnable de penser réduire à 1 ms avec cette configuration. On mesure d'abord les diverses tensions et, ensuite, un calcul de contrôle est fait pour déterminer la forme d'onde du courant satisfaisant la commande en flux prescrite. On formule un vecteur de points pour atteindre ce courant en plusieurs échelons plus petits. Puis, on transmet cette forme d'onde à la sortie analogique de la carte. La dernière étape consiste à envoyer les mesures à l'ordinateur principal tout en gardant la cadence de la boucle pour garder l'aspect temps réel. Ces étapes ne sont effectuées qu'une seule fois par boucle. Ainsi, les mesures se font à une cadence de 500 Hz et elles ne sont pas synchronisées avec la mise à jour de la tension en sortie, i.e. qu'il y a un délai entre l'étape 5 d'un pas de temps de contrôle et l'étape 1 du pas de temps suivant selon la figure 3.4. Ceci a comme effet positif de réduire l'impact des fortes dérivées de l'échantillonnage.

3.2.2 Effet de l'échantillonnage

Le problème adressé survient lors du changement abrupt de la consigne sur le courant d'excitation, tel qu'à la figure 3.5. La réponse en fréquence de l'amplificateur utilisé, allant jusqu'à 50 kHz, est suffisamment élevée pour imposer d'importantes dérivées temporelles en courant. Puisque la tension induite, soit l'information mesurée, est proportionnelle à la dérivée de ce courant (le flux), le biais de mesure ajouté par l'échantillonnage est significatif. Ce montage emploie deux astuces pour s'en affranchir.

La première astuce est d'envoyer un court vecteur de points pour imposer une rampe au lieu d'un saut au courant circulant dans la bobine d'excitation. L'amplitude des sauts est réduite et le contenu fréquentiel s'éloigne davantage de la fréquence d'opération. Le filtrage analogique de cette composante fréquentielle, à plus haute fréquence, en amont de l'amplificateur en est d'autant plus efficace et simple, et constitue la deuxième astuce. Le filtre est de type RC avec une fréquence de coupure à 200 Hz. Il est situé directement en sortie de la carte *National Instruments*, et un câble coaxial amène le signal filtré jusqu'à l'entrée de l'amplificateur.

Le coût supplémentaire, en terme de temps, pour envoyer un vecteur de points au lieu d'un seul point est notable dans le calcul de la boucle cadencée. Une combinaison des deux approches, tout en assurant le cadencement de la boucle, est employée afin de réduire l'effet de l'échantillonnage du courant sur la mesure du flux magnétique.

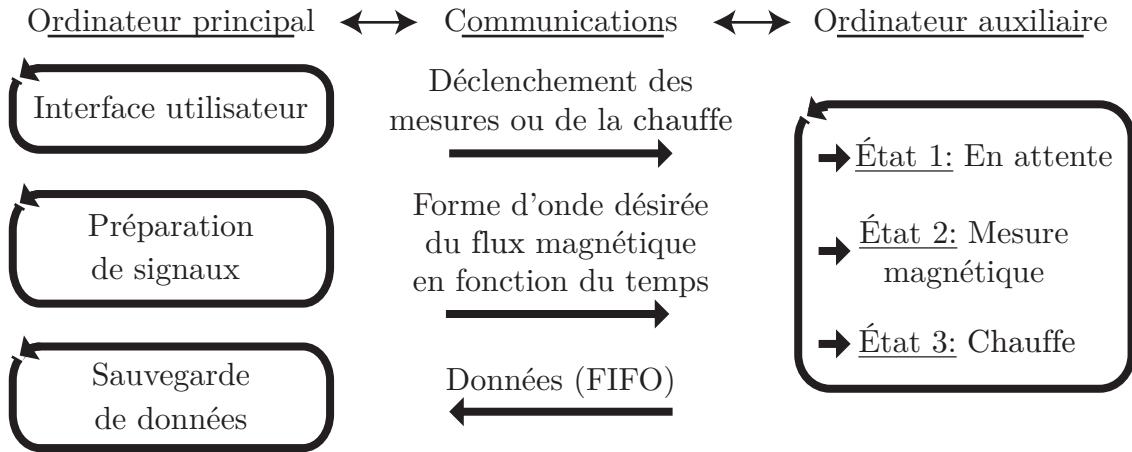


Figure 3.3 On présente un schéma de la séparation des tâches entre les deux ordinateurs du montage.

3.2.3 Contrôle de l'inductance variable

Il a été montré, par la description de l'effet de peau dans ce travail, par la norme A773/A773M - 14 et par divers auteurs tels que Fiorillo (2004) et Wulf et al. (2000), que le contrôle du $\partial B / \partial t$ permet de réduire le contenu harmonique en B et donc d'obtenir une meilleure mesure des propriétés intrinsèques. Ceci s'applique puisqu'on limite le rythme de variation de B contrairement au contrôle en H qui permet des $\partial B / \partial t$ élevés selon les propriétés magnétiques. Le banc d'essai a été conçu pour permettre une telle rétroaction numérique en temps réel. Cependant, l'asservissement d'une forme d'onde de flux magnétique dans une inductance hautement non-linéaire requierra une attention supplémentaire dans la continuité de ce projet. Seulement les bases du travail, ont été établies à ce jour.

La solution adoptée à court terme vise à obtenir le flux magnétique désiré par prédiction au lieu d'employer un contrôle en temps réel. Un processus itératif crée une courbe d'hystérésis brute qui permet l'interpolation d'un courant d'aimantation mieux adapté aux propriétés, encore inconnues, de l'échantillon. Il faut 3 à 5 itérations, illustrées à la figure 3.6, pour obtenir un contrôle adéquat. Le résultat, soit une densité de flux magnétique sinusoïdale, est présenté à la figure 3.7, avec l'analyse de son contenu harmonique.

3.3 Présentation de l'échantillon et des techniques de préparation

La géométrie de l'échantillon est un anneau ayant un diamètre externe de 50 mm, un diamètre interne de 40 mm et une section circulaire : il s'agit donc d'un toroïde tel que présenté à la figure 3.8a. La préparation à base de céramique et de deux enroulements de cuivre se fait

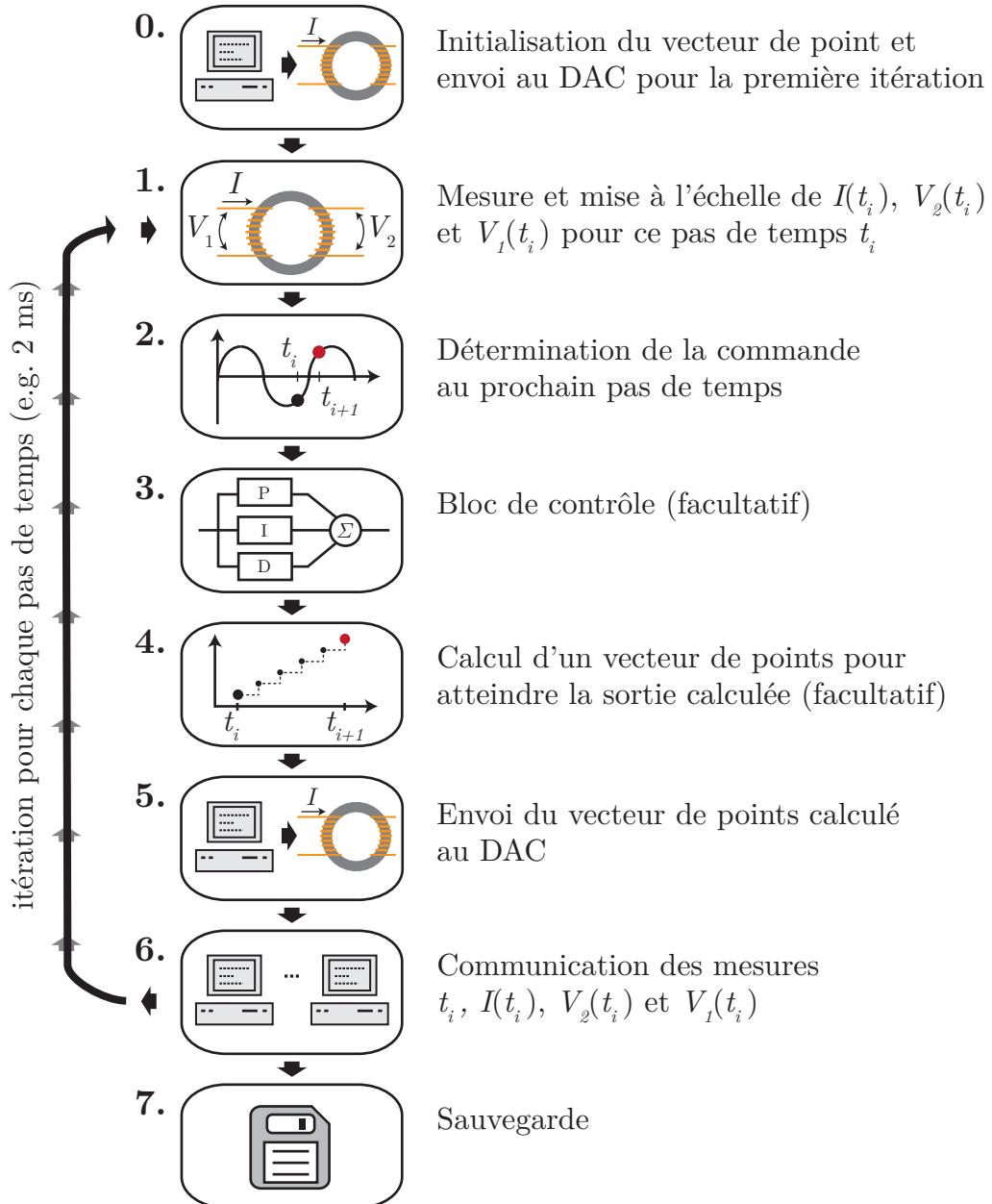


Figure 3.4 On présente un schéma du processus à l'intérieur d'une boucle de contrôle en temps réel pour les mesures magnétiques.

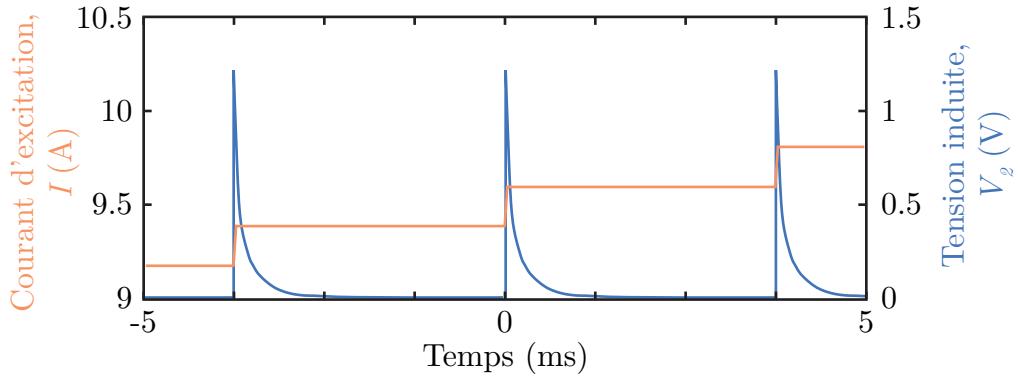


Figure 3.5 On schématise l'effet d'échantillonnage du courant d'excitation I sur la tension induites V_2 qui est proportionnelle à la dérivée de I . Ce schéma est inspiré de réelles mesures prises à haute fréquence d'échantillonnage.

en sept étapes. Les enroulements sont photographiés et présentés à la figure 3.8b et 3.8c pour compter le nombre de spires. L'architecture est schématisée à la figure 3.9a, les diverses dimensions sont illustrées à la figure 3.9b, et leurs valeurs sont présentées au tableau 3.1. L'incertitude associée à ces valeurs est analysée au chapitre 5.

Dans cette section, on aborde notamment l'isolation électrique à très haute température par l'encastrement en céramique. La technique a été développée pour surmonter la difficulté d'isoler électriquement les bobines à haute température, soit jusqu'à 900°C. Ceci s'enchaine avec une présentation de l'architecture type d'un échantillon et des étapes de préparation de celui-ci. À la section 3.3.3, on montre expérimentalement qu'une telle technique, réalisée à faible coût, est viable.

3.3.1 Isolation électrique et densité de spire

L'isolation électrique des bobines est un défi, car les vernis habituels se dégradent autour de 200°C et brûlent vers 400°C. Les gaines isolantes haute température en mica, en fibres de verre ou en céramique ont des facteurs d'espace, i.e. le ratio volumique qu'occupe le

Tableau 3.1 Dimensions de l'échantillon pour la validation du montage et pour la mise en application de la méthode de caractérisation développée dans ce mémoire. (ref : figure 3.9b)

Échantillon		Bobine de mesure		Bobine d'excitation	
d_0	4.99 mm	d_{fil2}	0.32 mm	d_{fil1}	0.70 mm
D	45.0 mm	d_2	7.33 mm	d_1	9 mm
		N_2	277 tours	N_1	115 tours

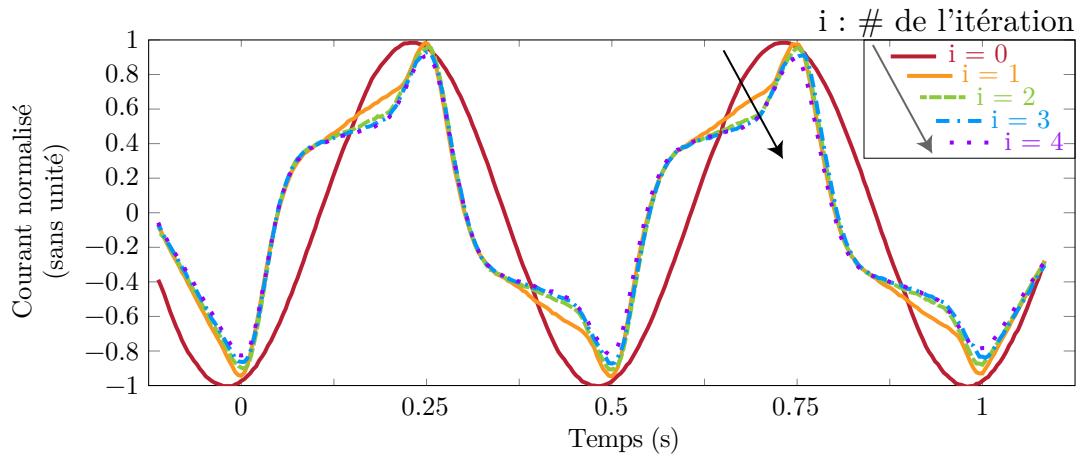


Figure 3.6 Quelques itérations sont nécessaires pour obtenir le courant d'aimantation pour générer une tension induite – et donc un flux magnétique – sinusoïdal(e).

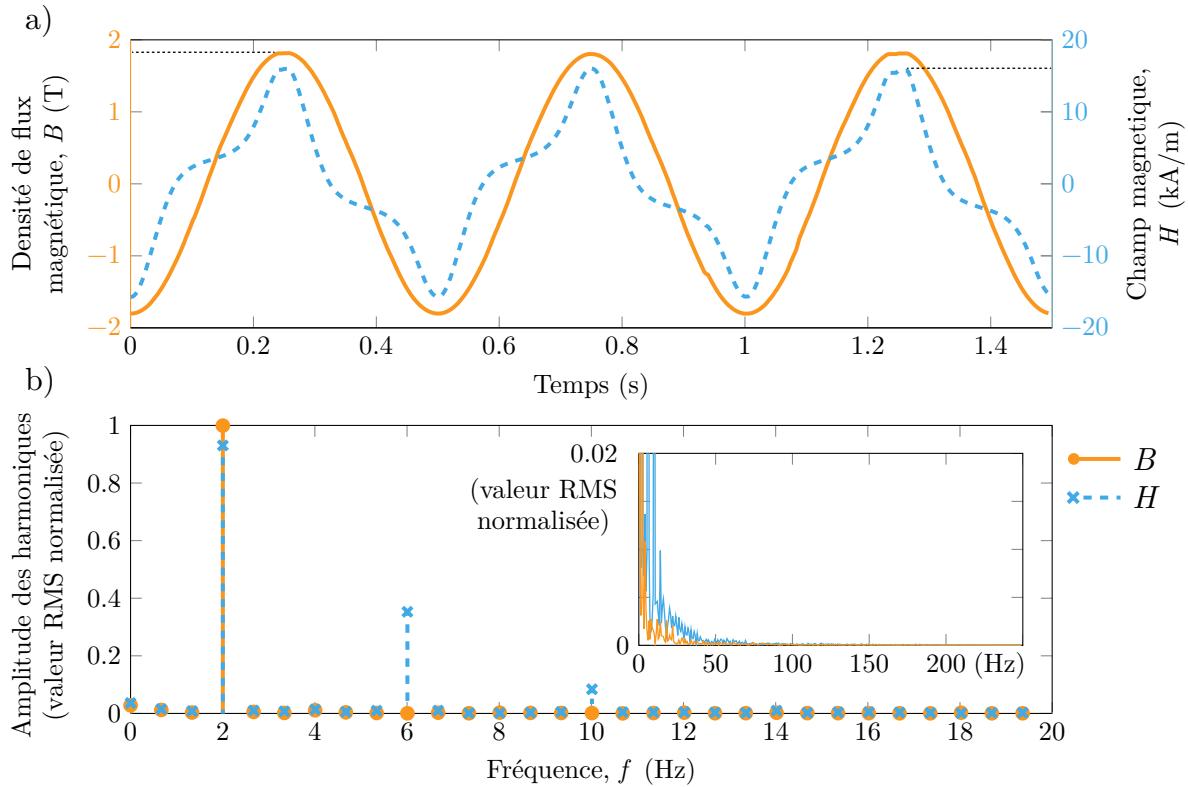


Figure 3.7 a) La densité de flux magnétique est contrôlée pour obtenir un sinus à 2 Hz. Pour assurer que l'on observe bien le régime permanent, au moins trois quarts de cycle précédent ces trois cycles tracés. b) Le contenu harmonique est négligeable pour B et celui de H ne dépasse pas 20 Hz.

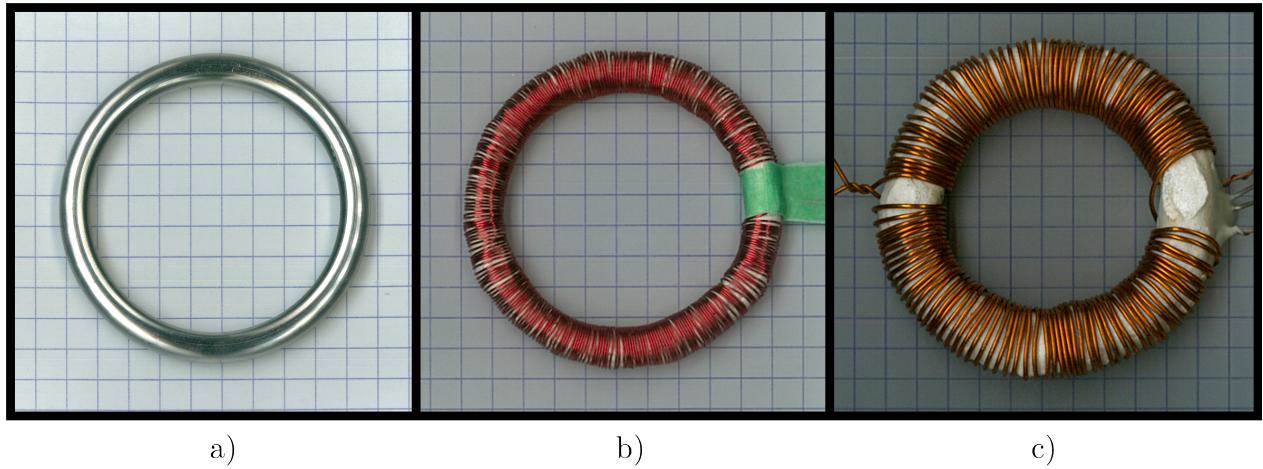


Figure 3.8 L'échantillon et ses deux enroulements sont encastrés dans la céramique dans des étapes successives. a) Un échantillon d'acier est pris en photo avant sa préparation. b) La bobine de mesure est près de la surface de l'échantillon. Un emplacement (à droite) est protégé par un ruban vert pour y mettre un thermocouple. c) La bobine d'excitation constitue la couche extérieure.

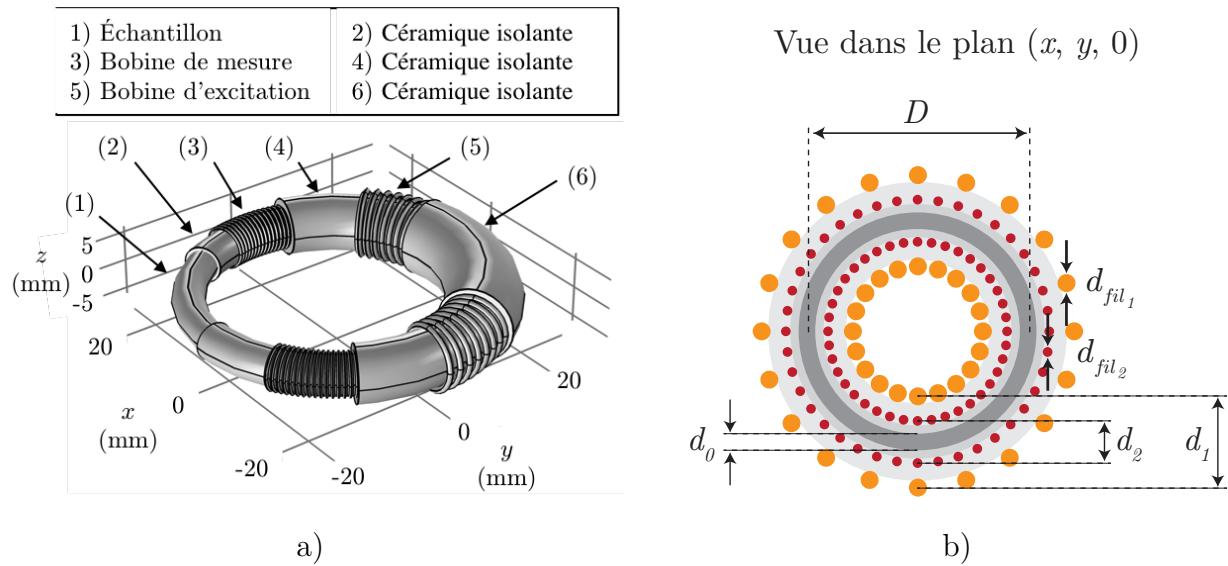


Figure 3.9 a) Architecture d'un échantillon toroïdal avec des enroulements à la température de mesure. L'isolation électrique entre l'échantillon, les enroulements et chacune des spires doit être une céramique pour assurer la viabilité à haute température. b) Définitions des diverses dimensions de l'échantillon et des enroulements.

conducteur, trop faibles. Lorsque ce type de fil est utilisé dans un enroulement, la densité de spires diminue. Dans ces travaux, une telle diminution se traduit en une diminution de l'amplitude du champ maximal atteignable et de la sensibilité de la mesure.

Des solutions commerciales satisfaisantes existent sous les termes «fil antifeu» (*fireproof wire*), «fil à fusée» (*rocket wire*) ou «fil anti-explosion» (*blast proof wire*). Cependant, l'achat d'un fil aussi spécialisé occasionne un coût initial prohibitif dans le cadre de ce projet. Puisque le fil investi dans un échantillon ne peut être récupéré, il y a aussi un intérêt à développer une approche à faible coût.

La solution développée consiste à encastrer les bobines dans une céramique adaptée à de hautes températures. La céramique agit comme isolant électrique entre les deux bobines, entre la bobine de mesure et l'échantillon, puis entre chacune des spires des bobines. Les meilleures résultats ont été obtenus en utilisant un ciment à base de phosphate de magnésium, soit la céramique à réaction chimique *Omegabond-600* du fabricant *Omega*. Malgré une grande résistivité, ce type de céramique possède un comportement semi-conducteur, et elle devient plus conductrice à haute température. Quantitativement, on peut estimer la résistivité à $10^8 \Omega \cdot \text{m}$ à 70°C alors qu'à 800°C , la résistivité est de $10^6 \Omega \cdot \text{m}$. Il faut alors considérer la résistivité minimale lors du désing de la préparation d'échantillon.

3.3.2 Mise en place des enroulements

À ce stade, la géométrie et l'architecture générale de l'échantillon sont claires, mais les techniques pour les réaliser n'ont pas été abordées. L'architecture d'un échantillon préparé est illustrée à la figure 3.8a. Le processus est relativement laborieux, et la planification doit inclure les multiples temps d'arrêt pour permettre le durcissement des couches de céramique.

Dans ce travail, des techniques de fabrication simples ont été choisies. Les couches de céramique sont déposées l'une à la suite de l'autre à l'aide d'une spatule en plastique. Une épaisseur plus grande et uniforme est obtenue en superposant plusieurs couches de céramique. La céramique est déposée sous forme liquide et elle durcit au cours d'une période de 18 heures. Les bobines sont enroulées à la main. Les enroulements sont mouillés d'un mélange de céramique très liquide avant l'application du vrai mélange de céramique liquide. Des vibrations aident à disperser la céramique liquide. Avec ces méthodes des plus élémentaires, on prévoit 6 heures de travail manuel réparties sur de 4 jours pour la préparation d'un échantillon.

Le processus pourrait facilement être accéléré tout en augmentant la qualité du résultat en utilisant une machine pour enrouler les bobines et en employant un moule ou une coquille

préfabriquée pour chacun des étages de l'architecture. Ces améliorations sont présentées en plus amples détails au chapitre 6.

3.3.3 Preuve de concept

Afin de vérifier si l'architecture multicouche proposée permet de fabriquer des bobines viables à haute température, on conçoit, dans ce paragraphe, un test qui évalue l'isolation électrique entre deux spires. L'objectif de ce test est de mesurer la résistance de l'isolation séparant deux spires, soit la résistance inter-spire. Pour ce test, un seul enroulement est fabriqué autour d'une tige cylindrique de dimensions similaires à celles de l'échantillon présenté. Cependant, cet enroulement de test est composé de deux fils de cuivre émaillés enroulés en parallèle tels qu'illustrés à la figure 3.10. Les deux fils de cet enroulement ne sont pas connectés entre eux. La résistance de l'isolation électrique inter-spire est évaluée à partir de la différence de potentiel et du courant qui circule d'un fil à l'autre. Tel que mentionné précédemment, on applique la céramique liquide sur un enroulement mouillé et on induit des vibrations pour remplir davantage les espaces inter-spires. L'enroulement est isolé du coeur métallique par une épaisseur de céramique d'environ 1 mm pour éviter toute fuite de courant par le coeur. Ce test est effectué à haute température pour brûler l'émail des fils et pour considérer la baisse de la résistivité de la céramique.

Ce test a été effectué avec une tige cylindrique en laiton ayant une longueur d'environ 3 cm et un diamètre de 6 mm. Chacun des deux fils au sein de l'enroulement comportait 10 tours autour de la tige. Les deux fils étaient parfaitement alternés pour créer 19 sections inter-spire ($2 \times 10 \text{ tours} - 1$). La température de l'enroulement était d'environ 750°C , soit bien au-dessus de la température d'ignition du vernis. La température maximale était limitée par le four employé lors de ce test, soit un four différent de celui utilisé dans le montage de mesure magnétique. Une différence de potentiel de $20 \text{ V}_{\text{crête}}$ à 10 Hz a été appliquée entre les deux fils. Le courant mesuré était de 20 mA pour l'ensemble de ces 19 inter-spires.

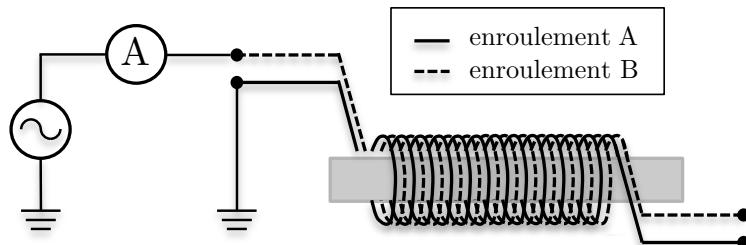


Figure 3.10 En employant un enroulement à 2 fils isolés l'un de l'autre, on vérifie que l'enca斯特ment dans la céramique est un moyen robuste pour isoler électriquement à 900°C .

On considère que la résistance d'une section inter-spire représente la résistance $R_{\text{inter-spire}}$. Dans le test effectué, la résistance équivalente R_{eq} est mesurée pour 19 résistances $R_{\text{inter-spire}}$ en parallèles. Par la loi d'Ohm et l'équation de résistances en parallèle,

$$R_{eq} = \frac{20 \text{ V}}{20 \text{ mA}} = \frac{R_{\text{inter-spire}}}{19} , \quad (3.1)$$

on détermine que la résistance inter-spire est de $19 \text{ k}\Omega$ à 750°C .

Dans les conditions de test, on peut négliger avec confiance la conduction par le coeur de l'échantillon par une combinaison de deux hypothèses. Premièrement, la distance vers le coeur est plus grande que celle inter-spire par un ordre de grandeur. Deuxièmement, la surface de contact entre l'échantillon et l'enroulement est environ 2 fois plus petite que la somme des surfaces de contacts inter-spires. En considérant ces deux observations, on peut avoir davantage confiance en notre valeur de résistance inter-spire.

La diminution de résistivité de la céramique entre 750°C et 900°C peut être significative, soit jusqu'à un ordre de grandeur selon une estimation conservatrice. Dans une telle situation, la résistance inter-spire de $19 \text{ k}\Omega$ à 750°C aurait une valeur de $1.9 \text{ k}\Omega$ à 900°C . En comparaison, la résistance à cette température pour un seul tour est d'environ $3.5 \text{ m}\Omega$. Cette valeur est obtenue selon le calcul :

$$R_{(1 \text{ tour})} = \frac{\rho_0(1 + \alpha\Delta T)L}{S} , \quad (3.2)$$

où l'on considère un tour ayant un diamètre de 6 mm et un fil en cuivre de calibre AWG21. Les propriétés électriques ρ_0 et α sont prises du tableau A.2. Par ce calcul, on montre que la vaste majorité du courant continue à passer par le fil conducteur, même à la température maximale de nos mesures.

Conclusion de section

On peut conclure que l'approche proposée, soit l'encastrement dans la céramique, permet d'isoler les spires d'une bobine à des tensions de $20 \text{ V}_{crête}$ inter-spire à 900°C . Cette confirmation est un travail novateur important, car une bobine viable à haute température facilite l'étude des échantillons fermés en fonction de la température et réduit l'erreur sur les mesures par la proximité de la bobine de mesure avec la surface de l'échantillon.

3.4 Mesures magnétiques

Dans cette section, on aborde l'aspect électromagnétique derrière les mesures magnétiques. Les variables employées, le traitement des données et les corrections appliquées aux courbes B - H sont présentés formellement.

Pour chaque pas de temps, le montage mesure et enregistre les variables suivantes :

- le courant I sortant de l'amplificateur de puissance ;
- la tension V_2 induite aux bornes de la bobine de mesure ;
- la tension V_1 aux bornes de l'amplificateur de puissance alimentant la bobine d'excitation ;
- la tension aux bornes du thermocouple.

On considère la nomenclature établie à la figure 3.9b, 3.11a et 3.11b. En règle générale, ce travail emploie les indices 0, 1 et 2 pour associer une variable à l'échantillon, la bobine d'excitation et la bobine de mesure, respectivement. Ceci permet de garder une logique derrière la nomenclature des multiples diamètres, sections et mesures de flux magnétiques.

Le processus de traitement des données est schématisé à la figure 3.12. Les données brutes forment une courbe B - H qui nécessite une correction. Celle-ci consiste à filtrer numériquement le bruit sur le champ magnétique, à soustraire la dérive de B et à recentrer la courbe B - H résultante. Cette section détaille le calcul des différents paramètres de la courbe, puis le calcul sous-jacent aux trois corrections appliquées.

3.4.1 Présentation des variables et du calcul de B et H

La tension induite dans la bobine de mesure V_2 provient du flux magnétique Φ_2 traversant les N_2 spires de section moyenne $\langle S_2 \rangle$ telle qu'à la section 2.3.3.2 :

$$\Phi_2 = \int \frac{-V_2}{N_2} dt = \int_{S_2} B dS . \quad (3.3)$$

On fait une distinction entre ce flux magnétique total Φ_2 , et le flux magnétique Φ_0 restreint à la section de l'échantillon S_0 , telle que

$$\Phi_2 = \Phi_0 + \int_{S_2 - S_0} \mu_0 H dS , \quad (3.4)$$

car le matériau qui constitue la surface entre S_2 et S_0 est considéré comme ayant une perméabilité magnétique μ_0 . Ultimement, on cherche à calculer B_0 à partir des mesures de V_2 ,

soit

$$\int_{S_0} B_0 \, dS = \Phi_2 - \int_{S_2 - S_0} \mu_0 H \, dS \quad (3.5)$$

$$= \int \frac{-V_2}{N_2} dt - \int_{S_2 - S_0} \mu_0 H \, dS. \quad (3.6)$$

L'intégrale de la densité de flux B_0 , soit une distribution qui n'est pas forcément uniforme, sur la section de l'échantillon S_0 revient à prendre la valeur moyenne $\langle B_0 \rangle$ de manière, cette fois, uniforme sur la section :

$$\langle B_0 \rangle S_0 = \int_{S_0} B_0 \, dS. \quad (3.7)$$

Cependant, nous posons maintenant l'hypothèse, pour simplifier l'analyse, que le champ magnétique H et la densité de flux magnétique B_0 sont parfaitement uniformes sur la section de l'échantillon bien que ce ne soit pas le cas en réalité. Pour alléger la notation, on fait dorénavant référence à la densité de flux magnétique magnétique B_0 comme étant la valeur moyennée $\langle B_0 \rangle$ sur la surface ($B_0 \Leftrightarrow \langle B_0 \rangle$). Ceci nous permet d'écrire simplement

$$B_0 S_0 = \int \frac{-V_2}{N_2} dt - \mu_0 H (S_2 - S_0) \quad (3.8)$$

et

$$B_0 = \frac{1}{S_0} \left(\int \frac{-V_2}{N_2} dt - \mu_0 H S_2 \right) + \mu_0 H. \quad (3.9)$$

Cependant, le champ magnétique réel est non uniforme sur la section de la bobine de mesure et sur la section de l'échantillon par deux phénomènes. Premièrement, le parcours magnétique n'est pas uniforme dans la section d'une bobine toroïdale. Cet aspect est étudié à la section 5.5. Pour certaines courbes d'hystéresis, dont celles étudiées dans ce travail, l'erreur commise est faible. Une deuxième source de non-uniformité, étudiée à la section 5.6, provient de l'effet de peau à l'intérieur d'un matériau conducteur et ferromagnétique.

Quant au champ magnétique, il est calculé à partir de la mesure de courant I dans les N_1 spires de la bobine d'excitation. Dans un toroïde centré à l'origine d'un système de coordonnées cylindriques (ρ, θ, z) , il s'exprime par :

$$H(\rho) = \frac{N_1 I}{2\pi\rho}. \quad (3.10)$$

En appliquant l'hypothèse du champ magnétique uniforme, on prend la valeur du champ

magnétique au centre de la section. Ceci correspond au grand diamètre D du toroïde. Ce diamètre s'applique aux deux enroulements, car ils ont des sections concentriques.

3.4.2 Corrections appliquées aux données

À partir des vecteurs de données I et V_2 , on calcule les vecteurs de points H et B , puis on calcule trois corrections :

- le filtrage des hautes fréquences dans le champ magnétique H ;
- la dérive de la densité de flux magnétique B ;
- le décalage de la courbe, en terme de B , pour obtenir une courbe B - H centrée.

La figure 3.13 montre une courbe B - H brute, la même courbe avec corrections, et un gros plan des deux extrémités de la courbe corrigée.

3.4.2.1 Filtre numérique sur le champ magnétique

On choisit d'appliquer un filtre numérique passe-bas sur le courant mesuré. La fréquence de coupure est définie à 50 Hz. Ce filtre ne détériore pas la qualité des résultats. La figure 3.7 montre que le contenu harmonique nécessaire pour générer un flux magnétique sinusoïdal à 2 Hz est bien en dessous de la fréquence de coupure. On obtient des courbes d'hystérésis plus lisses, ce qui facilite les calculs employant la dérivée $\partial B / \partial H$, soit dans le calcul d'erreur du chapitre 5 ou dans une simulation FEM transitoire.

3.4.2.2 Correction de la dérive de B

Lors d'une mesure magnétique, plusieurs cycles sont complétés pour assurer que la mesure retenue soit représentative du régime permanent. Les courbes obtenues pour chaque cycle devraient se superposer, mais, en réalité, on observe une dérive de la densité de flux magnétique B . Celle-ci est visible à la figure 3.13a. Une telle dérive indique une différence de potentiel continue aux bornes de la bobine de mesure tout au long de l'acquisition. Ce comportement n'est pas possible dans un modèle de bobine de mesure parfaite où un champ magnétique alternatif, en régime permanent, induit une tension alternative. On soupçonne qu'une différence de potentiel entre la mise à la Terre de l'amplificateur et celle de la carte d'acquisition soit à l'origine de la tension continue sur le signal V_2 . L'hypothèse d'une superposition parfaite permet de corriger cette dérive sur B telle qu'illustrée à la figure 3.13b.

En guise de points de référence, on identifie les minimums du champ magnétique et on calcule la dérive en densité de flux magnétique $B_{sat|i+1} - B_{sat|i}$ au bout d'un cycle identifié par l'indice i . La correction de B est appliquée sous la forme d'un polynôme de degré 1 en fonction du

temps :

$$B_{\text{corrigée}}(t) = B(t) - \text{correction}_B(t) \quad (3.11)$$

où

$$\text{correction}_B(t) = \frac{B_{\text{sat}|i+1} - B_{\text{sat}|i}}{t(B_{\text{sat}|i+1}) - t(B_{\text{sat}|i})} (t - t(B_{\text{sat}|i})) . \quad (3.12)$$

Chaque cycle possède son propre vecteur de correction $\text{correction}_B(t)$. La correction, incluant tous les cycles, est une fonction continue. Cette correction équivaut à l'intégration de la tension DC de la bobine de mesure au cours du cycle.

Pour remédier aux légères différences d'amplitude de H d'une extrémité négative à l'autre, on emploie une extrapolation de type tangente hyperbolique à quatre paramètres, soit p_1, p_2, p_3 et p_4 , telle que :

$$B(H) = \mu_0 H + p_1 \tanh(p_2 H + p_3) + p_4 . \quad (3.13)$$

Seules les données entre -16 kA/m et -10 kA/m de la branche décroissante, celle ayant une valeur de magnétisation supérieure à l'autre branche en tout point, participent à la détermination des paramètres de l'extrapolation. Si on utilisait l'extrémité positive comme référence, la branche croissante serait alors employée dans l'extrapolation.

À la saturation négative, la superposition obtenue est bonne, car ce segment de données a été employé dans le calcul de la correction. À la saturation positive, l'erreur de superposition est à son maximum avec une valeur de ~ 14 mT. Plusieurs raisons peuvent être à l'origine de cette erreur. La tension dite continue, présente sur la tension induite V_2 , n'est pas tout à fait constante au travers d'un cycle. Si cette tension continue provient d'une différence de référence à la masse, les fluctuations de la résistance de la charge peuvent l'influencer. Il est difficile de déterminer exactement la cause de cette tension DC, mais le résultat semble être une courbe d'hystérésis cohérente avec une erreur acceptable de 14 mT.

3.4.2.3 Recentrage la courbe B - H

Une translation en B est appliquée pour que les densités de flux rémanente, positive et négative, soient symétriques par rapport à l'abscisse. Ceci est nécessaire lorsque l'échantillon ferromagnétique n'est pas dans un état parfaitement démagnétisé à l'amorce d'une mesure magnétique. Bien qu'il soit possible d'obtenir cet état avec ce montage, la méthode proposée doit être rapide pour permettre une chauffe sans altérer les propriétés de l'échantillon. Il a été décidé d'économiser le temps supplémentaire lié à la démagnétisation. L'approche adoptée amorce la mesure magnétique dans un état connu, soit à la valeur maximale du champ magnétique. On accepte l'hypothèse que la courbe d'hystérésis des aciers ferromagnétiques

soit symétrique. Dans ce cas, le décalage de la courbe B - H n'induit aucun biais de mesure.

3.4.3 Utilisation typique en guise de mesure magnétique

À la section A.4, on montre que le fil de section circulaire utilisé dans la bobine d'excitation devrait avoir un grand diamètre tout en respectant la densité de courant maximale établie à 70 A/mm^2 . Ce montage permet des courants de 30 A , équivalent à un champ magnétique de 24 kA/m . Pour une même densité de spire, des échantillons de section ou de périmètre plus grands auront la même limite en champ magnétique. Cependant, la tension d'alimentation augmentera. Une tension maximale d'environ 120 V à l'amplificateur permet d'augmenter la résistance du fil jusqu'à 4Ω tout en conservant un courant de 30 A . Par contre, on voit à la section 5.4.2 qu'une tension de seulement 60 V à la bobine d'excitation est suffisante pour endommager la carte d'acquisition.

3.5 Aspects thermiques

Pour minimiser les effets de la température sur la microstructure, on veut réduire le temps total nécessaire à l'étude complète des propriétés magnétiques en fonction de la température. Cette considération influence la méthode retenue pour chauffer l'échantillon. Ceci est abordé en premier lieu dans cette section.

3.5.1 Méthode de chauffe

Les quatre options étudiées, dont le choix final du champ magnétique azimutal, sont illustrées à la figure 3.14. Elles sont :

1. l'utilisation d'un four commercial à haute température ;
2. l'imposition d'un courant directement dans l'échantillon (champ électrique azimutal) ;
3. l'utilisation d'une troisième bobine parallèle à l'axe de l'échantillon annulaire (champ magnétique axial) ;
4. l'utilisation de la bobine d'excitation sans modification, soit la solution choisie (champ magnétique azimutal).

Le processus de décision qui a mené à notre choix final est détaillé à l'annexe C. Dans ces travaux, la solution finale utilise la bobine d'excitation (champ magnétique azimutal) pour chauffer l'échantillon. Le même amplificateur de puissance est utilisé à la fois pour générer le courant d'excitation à l'origine du champ magnétique et le courant de chauffe, qui génère une puissance thermique. Ainsi, peu de modifications au circuit sont nécessaires entre une

mesure magnétique et une phase de chauffe. La forme des pulses de courants est cependant très différente dans les deux cas. Pour la chauffe, un courant à haute fréquence (3 kHz) est imposé. Le champ magnétique alternatif induit des pertes par courants de Foucault et par hystérésis dans l'échantillon. De plus, toutes pertes par effet Joule dans le fil contribuent à la chauffe de l'échantillon par conduction.

3.5.2 Mesure de la température

La tension du thermocouple est convertie en température par le polynôme calibré du NIST pour le thermocouple de type K. Un décalage de la tension est appliqué pour que la température de la pièce soit la même que celle mesurée par un thermomètre avec une calibration certifiée. Ce décalage est enregistré et appliqué pour toutes les mesures subséquentes.

Avant et après une mesure magnétique, la température est moyennée sur une seconde à une vitesse d'échantillonnage de 25 kHz. Pendant la mesure magnétique, la tension au thermocouple est enregistrée à un rythme de 500 Hz. Une moyenne dynamique permet d'avoir une valeur de température au cours de la mesure magnétique, mais l'erreur sur la température est certainement plus grande que lors d'une mesure lente de la température avec un grand échantillonnage.

3.5.3 Conception d'un four

En guise d'isolation thermique, les matériaux certifiés aux hautes températures sont couramment composés de fibres de céramiques. On retrouve de tels produits sous forme de laine et sous forme de planches plus rigides. On préfère le format rigide pour faciliter les manipulations et le positionnement de l'échantillon dans le four. Un exemple de matériau est la planche «M» de *Kaowool (M-Board)*.

La découpe de l'isolation d'une épaisseur de 3.8 cm (1.5") se fait facilement avec un couteau utilitaire. Certaines coupes sont faites avec l'outil rotatif *Dremel*, i.e. pour creuser l'isolation. Il est prescrit d'effectuer ces étapes dans un environnement bien ventilé et en portant tout équipement de sécurité. On suggère un masque respiratoire, des lunettes de protection, des manches longues et des gants.

Lors de l'utilisation de ce produit, quelques points sont à noter. D'abord, la première chauffe ($>500^{\circ}\text{C}$) induit un dégazage dans le matériau. Il est recommandé d'effectuer ce dégazage du four en entier sous une hotte, par exemple. Suite à cette étape, le matériau devient plus friable. Deuxièmement, la planche en fibre de céramique est hautement poreuse et elle est perméable aux liquides. Le refroidissement de son extérieur, par de l'eau ou de l'azote liquide,

nécessite une couche imperméable supplémentaire.

Pour réduire le flux de chaleur partant de l'échantillon vers l'isolation du four, on ajoute une source de puissance thermique dans l'isolation. Des éléments chauffants, en forme d'anneau et conçus pour avoir une faible inductance, sont placés dans l'isolation à environ 2 cm au-dessus et au-dessous de l'échantillon. Ils permettent de légèrement préchauffer le four et il facilite le contrôle de la température de l'échantillon.

3.5.4 Preuve de concept

Lors d'une première mise en application de la méthode, on vérifie la performance de la méthode de chauffe. L'étude se fait en deux parties. On montre d'abord que la chauffe permet d'atteindre le point de Curie en un temps acceptable. Ensuite, on s'assure qu'une mesure magnétique n'affecte pas la température de l'échantillon au cours d'une mesure.

Atteinte rapide du point de Curie

La chauffe se fait par champ magnétique azimutal, tel que présenté dans cette section. Un courant de 30 A et une fréquence de 3 kHz sont choisis pour maximiser la puissance transmise tout en respectant la tension limite que peut fournir l'amplificateur utilisé.

Le montage permet une analyse thermomagnétique complète, c'est-à-dire qu'il gère la chauffe de l'échantillon et trace sa courbe d'hystérésis en commençant à la température ambiante et jusqu'au point de Curie. La figure 3.15 illustre le contrôle sur la température avec un pas raffiné autour de 700°C, soit la température à laquelle les propriétés magnétiques varient rapidement. Une mesure complète de la courbe *B-H* en fonction de la température (25°C–850°C) se fait facilement en moins de 40 minutes.

Constance de la température au cours d'une mesure

La puissance générée par effet Joule par le courant circulant dans la bobine d'excitation et la chaleur perdue à travers l'isolation thermique autour de l'échantillon affectent peu la température au cours d'une mesure magnétique. La figure 3.16 montre que ceci s'applique autant à basse température qu'à haute température. Ces variations de température impliquent une variation négligeable en terme de propriétés magnétiques, même aux alentours de la température de Curie.

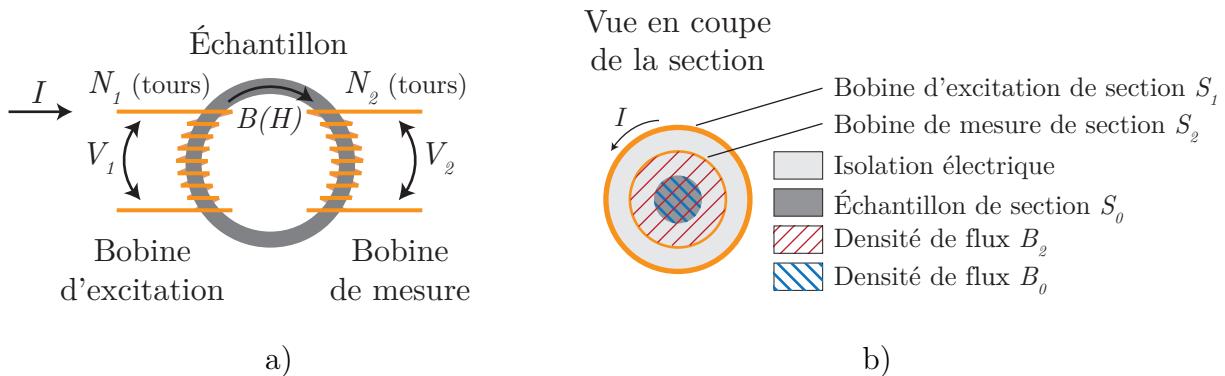


Figure 3.11 a) On schématise l'échantillon où la bobine d'excitation, ayant N_1 tours et traversée d'un courant I , crée le champ magnétique H . On mesure la tension V_1 à ses bornes. La tension induite dans la bobine de mesure de N_2 tours est V_2 . b) La vue en coupe de la section montre la disposition réelle des deux bobines, superposées sur l'entièreté de l'échantillon. La densité de flux B_2 est délimitée par la bobine de mesure, alors que la densité de flux B_0 est restreinte à la section du matériau à l'étude.

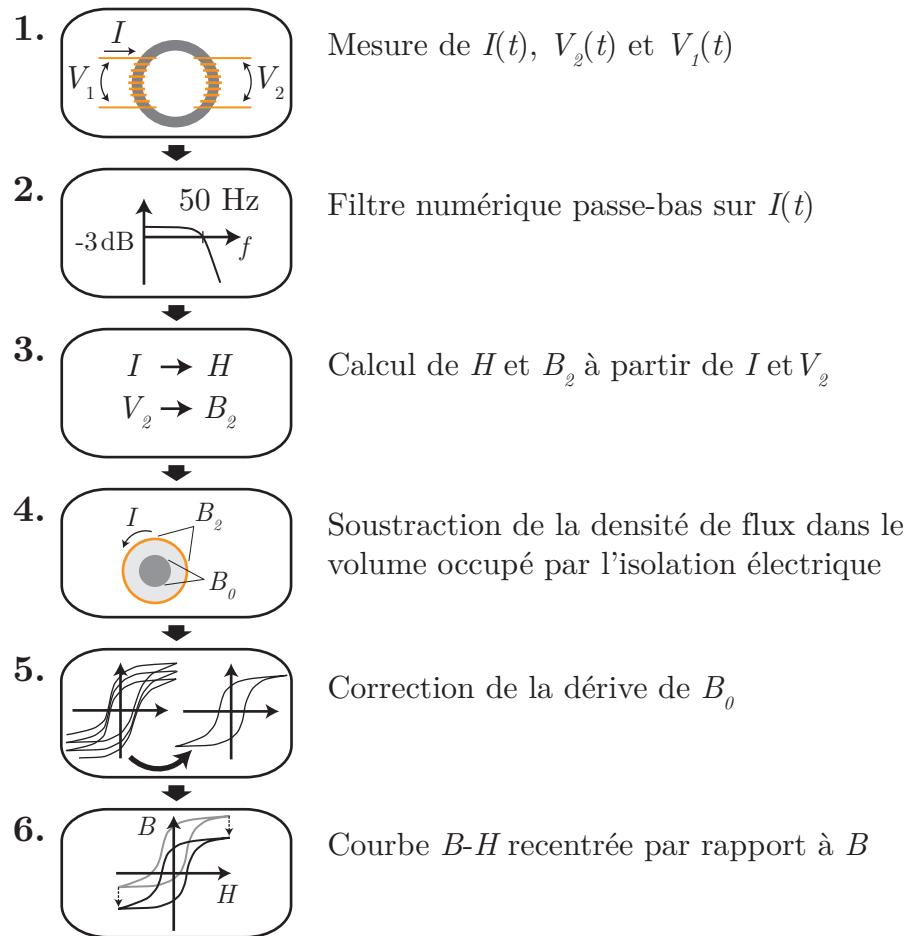


Figure 3.12 Illustration du traitement des données et des corrections appliquées sur la courbe B - H .

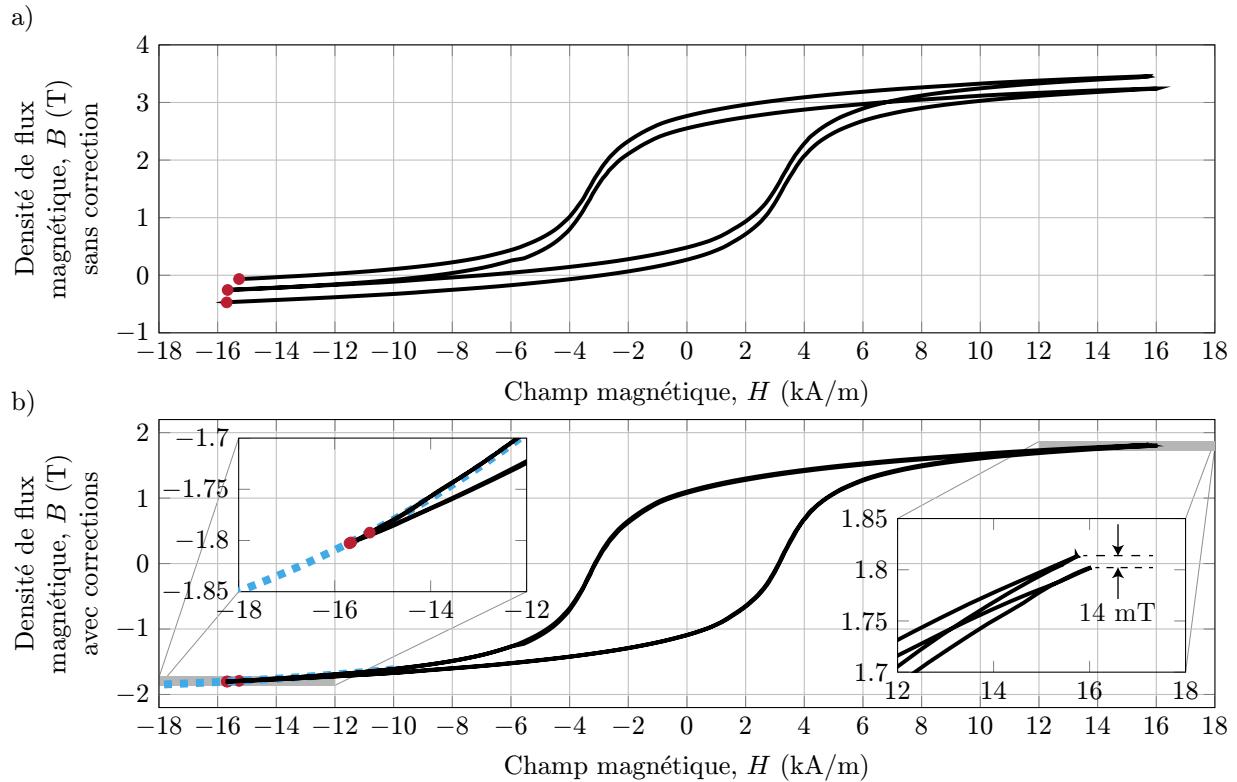


Figure 3.13 a) On trace la courbe B - H brute, i.e. sans correction. Les extrémités négatives ($H_{sat|i}$, $B_{sat|i}$) de chaque cycle i sont déterminées numériquement, et elles sont identifiées par des marqueurs rouges. b) On montre la courbe B - H corrigée. On met en évidence la pointe négative de la courbe pour illustrer le résultat de la superposition et la fonction d'extrapolation utilisée. L'agrandissement de la pointe positive montre l'erreur maximale de cette superposition dB_{B-H} , soit de 14 mT dans le cas présent.

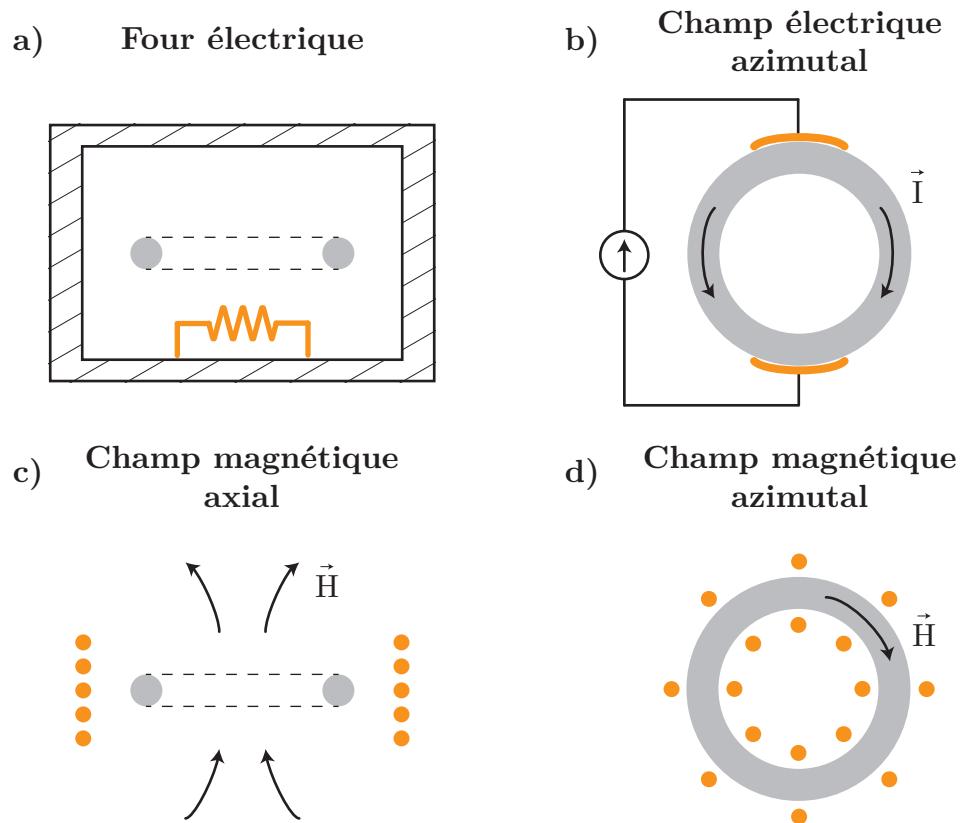


Figure 3.14 On illustre les quatre méthodes de chauffe considérées dans ce travail.

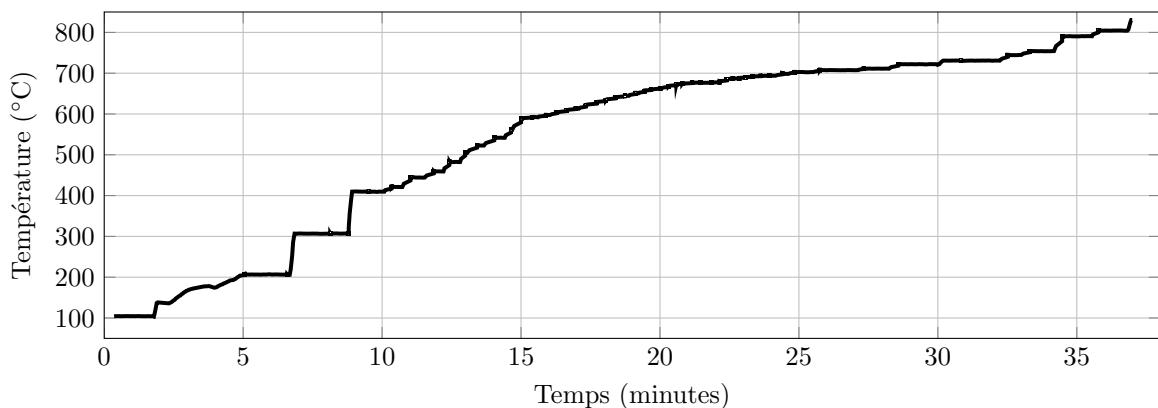


Figure 3.15 La température est mesurée au cours d'une analyse thermomagnétique. Le point de Curie est atteint en moins de 40 minutes.

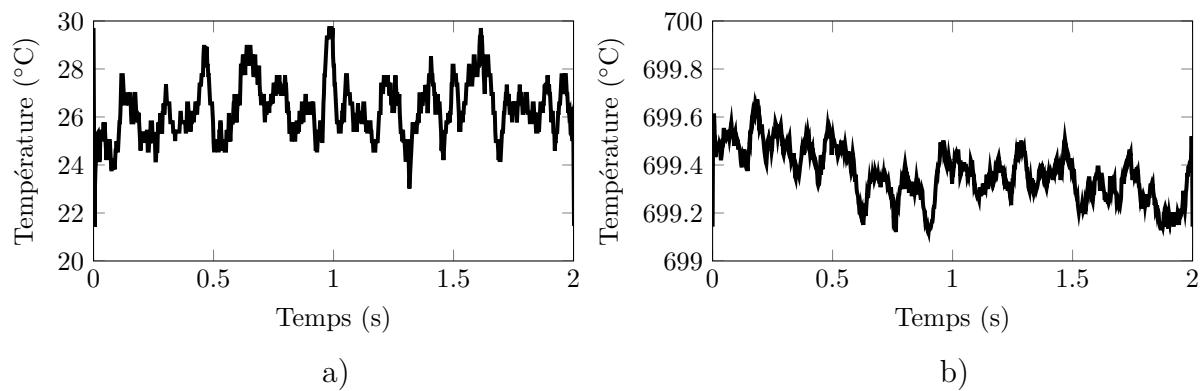


Figure 3.16 La variation de température au cours d'une mesure est bornée par a) $\pm 5^\circ\text{C}$ à 25°C et par b) $\pm 0.5^\circ\text{C}$ à 720°C . Ces variations de température impliquent une variation négligeable en terme de propriétés magnétiques, même aux alentours de la température de Curie de l'acier AISI 4340.

CHAPITRE 4 MISE EN APPLICATION

Ce chapitre présente une mise en application de la méthode développée dans ce travail. L'objectif est de montrer l'allure d'un résultat typique et le type d'analyse qui en découle. Bien que l'on profite de l'occasion pour étudier un acier d'intérêt, soit l'acier AISI 4340 sous plusieurs états de microstructure, la présentation des résultats se veut comme une preuve de concept de la méthode. L'analyse est sommaire et aucune expérience supplémentaire n'est faite pour confirmer ou infirmer les hypothèses posées dans ce chapitre, car cela deviendrait un nouveau projet en soi.

On présente d'abord l'échantillon ainsi que l'historique des cycles thermiques appliqués pour atteindre divers états de microstructure. Les résultats sont présentés en deux sections qui comparent chacune les états de l'échantillon. En deuxième lieu, les courbes d'hystérésis à température ambiante sont comparées dans chacun des cas. En troisième lieu, on présente les analyses thermomagnétiques faites à partir des nombreuses courbes d'hystérésis mesurées lors de la chauffe.

4.1 Préparation de l'échantillon et traitements des données

L'acier AISI 4340 est le matériau à l'étude. Trois traitements thermiques différents sont comparés pour cette composition chimique d'acier.

Lors d'une analyse thermomagnétique, une courbe d'hystérésis est d'abord obtenue à la température ambiante. L'analyse est ensuite poursuivie jusqu'à 800°C pour suivre l'évolution des propriétés magnétiques jusqu'au-delà du point de Curie. À la fin de la chauffe, la microstructure a été altérée. La vitesse de refroidissement influence aussi la microstructure. La préparation de l'échantillon, notamment l'enroulement de mesure et l'enroulement d'excitation, demeure fonctionnelle. On profite de ces multiples cycles thermiques pour faire subir deux traitements thermiques additionnels au même échantillon. On obtient alors trois études de propriétés magnétiques représentant trois états de la microstructure pour un même échantillon d'acier.

L'historique thermique de l'échantillon est schématisé à la figure 4.1. L'échantillon usiné à partir du matériau brut correspond à l'état original (figure 3.8a). On considère que les propriétés magnétiques de l'échantillon sont les mêmes que celles avant l'usinage. L'acier brut a une dureté de 45 RCH. Le deuxième état est caractérisé par une chauffe de l'échantillon à 900°C en 45 minutes, puis un refroidissement s'étalant sur plus de 6 heures. Le troisième

état a subi les traitements thermiques des états précédents, puis une chauffe à 850°C en 30 minutes, un refroidissement à l'air jusqu'à 200°C en moins de 20 minutes et jusqu'à une température finale de 25°C en moins d'une heure. On réfère à ces trois états comme étant respectivement :

- original,
- refroidi au four,
- refroidi à l'air.

Nous n'avons qu'une estimation du temps écoulé à haute température, soit environ 20 minutes à 850°C avant le refroidissement au four et environ 2 minutes à 830°C avant le refroidissement à l'air.

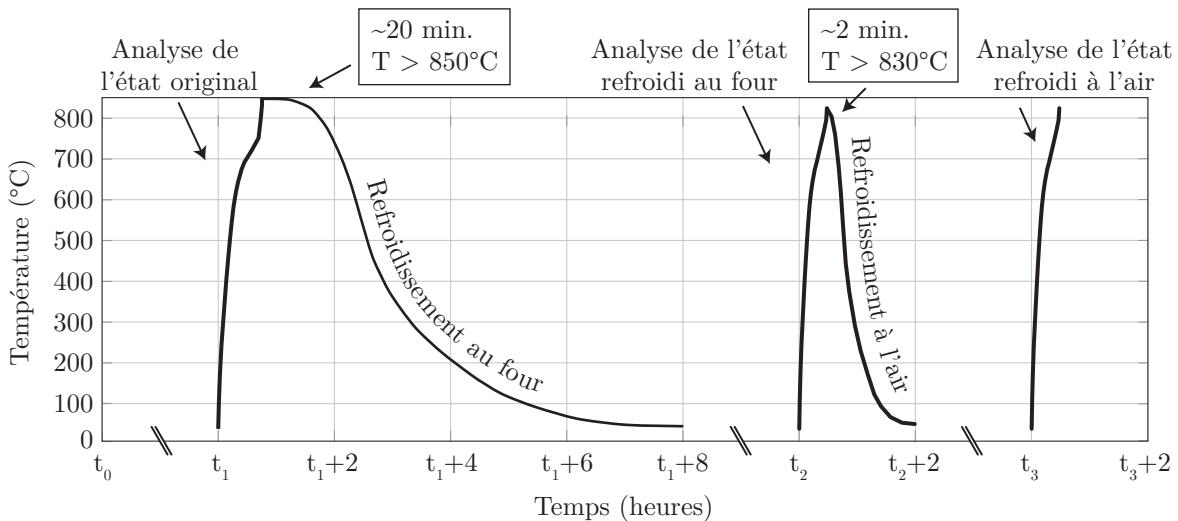


Figure 4.1 Schématisation de l'historique thermique de l'échantillon mesuré.

En considérant l'historique de la température, on peut formuler une hypothèse de l'état de la microstructure de l'acier pour chacun des états de l'échantillon. Nous sommes confiant que l'état original est constitué d'une martensite revenue à 45 RHC. L'état refroidi au four est composé d'un mélange relativement mou (~ 20 HRC) de ferrite et de carbures. L'état refroidi à l'air est possiblement formé d'un mélange de martensite revenue et de bainite.

On peut s'attendre à ce que l'échantillon refroidi au four ait une microstructure stable à haute température en considérant la faible vitesse de refroidissement. Quant à l'état refroidi à l'air, il est possible qu'on observe une plus grande réaction, notamment une relaxation des contraintes résiduelles. L'état original, soit trempé et revenu, devrait se situer entre ces deux autres états en terme de stabilité à haute température. Dans les trois cas, on ne devrait pas observer de recristallisation.

Les dimensions de l'échantillon toroïdal utilisées dans l'analyse sont les mêmes que celles présentées au tableau 3.1. La préparation d'échantillon faite avant l'analyse de l'état original est conservée pour les trois états. Pour toutes les mesures magnétiques, l'erreur DC sur la bobine de mesure est corrigée numériquement, la courbe est recentrée en B seulement, et la contribution du flux dans la céramique est calculée numériquement. Un filtre analogique passe-bas à 500 Hz protège la mesure de la tension induite au secondaire tandis que la mesure du courant est filtrée numériquement à 50 Hz.

Pour extraire les informations pertinentes des courbes d'hystérésis, on identifie cinq paramètres de la courbe B - H , schématisés à la figure 4.2 :

- la polarisation magnétique à saturation, $\mu_0 M_{sat}$;
- la densité de flux magnétique rémanente, B_r ;
- la perméabilité relative maximale, $\mu_{r|max}$;
- le champ magnétique coercifitif, H_c ;
- les pertes par hystérésis, W_h .

4.2 Acier AISI 4340 à la température ambiante

Les propriétés magnétiques sont mesurées à la température ambiante d'environ 22°C pour les trois états de l'échantillon. Le flux magnétique contrôlé est sinusoïdal à 2 Hz ($\partial B / \partial t \big|_{max} \simeq 24 \text{ T/s}$). Les résultats sont présentés à la figure 4.3 et les paramètres des courbes sont détaillées au tableau 4.1. Pour le bien de l'analyse on illustre les pertes W_h en J/kg selon une densité approximative de 7850 kg/m³.

On y inclut la pente ($\mu_{r|d}$) de la courbe d'hystérésis pour illustrer le niveau de saturation magnétique. On devrait tendre vers une perméabilité relative unitaire à très fort champ H . Dans les trois cas présentés, la perméabilité à saturation est de l'ordre de $15\mu_0$ à $20\mu_0$, ce qui indique que la saturation n'a pas été parfaitement atteinte.

Les différences entre les courbes d'hystérésis présentées sont explicables par la dynamique

Tableau 4.1 Paramètres des courbes d'hystérésis magnétique à la température ambiante.

État de l'échantillon	$\mu_0 M_{sat}$ (T)	B_r (T)	$\mu_{r max}$ (sans unité)	H_c (kA/m)	W_h (J/kg)
Original	1.8	1.4	1400	1.7	1.30
Refroidi au four	2.0	1.0	1000	1.8	1.35
Refroidi à l'air	1.8	1.1	700	3.1	2.19

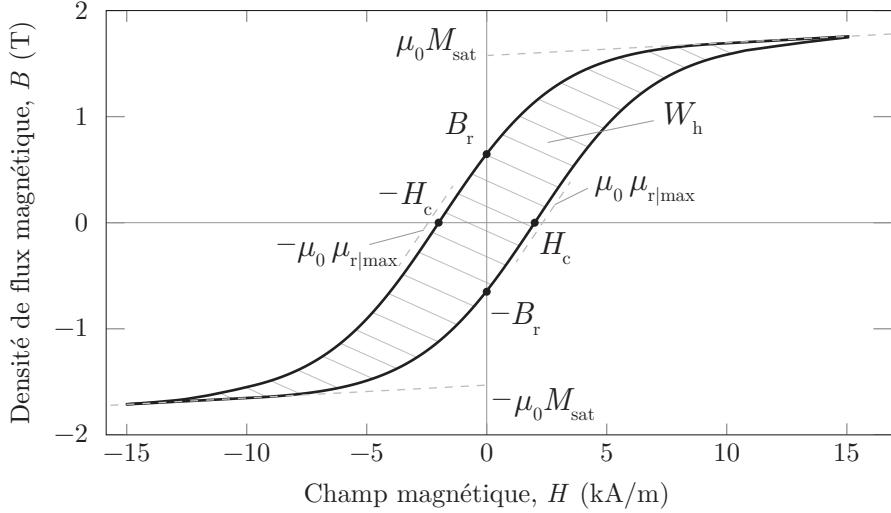


Figure 4.2 On identifie cinq paramètres de la courbe B - H : l'induction à saturation ($\mu_0 M_{sat}$), la densité de flux magnétique rémanente (B_r), la perméabilité relative maximale ($\mu_{r|max}$), le champ coercitif (H_c) et l'aire de la courbe d'hystérésis (W_h).

métallurgique lors des cycles de traitements thermiques. Suite à l'austénitisation de l'état original, le refroidissement lent forme un mélange de ferrite et de carbure. Le refroidissement rapide a tendance à créer un mélange contenant de la martensite et de la bainite. Dans les deux cas, il est probable que l'évolution de la microstructure se soit faite sous l'influence d'une magnétisation présente lors du refroidissement. En ce sens, les états étudiés sont probablement peu reproductibles et les mesures qui en ressortent ne doivent pas être utilisées pour tirer des conclusions fortes à propos des propriétés magnétiques de telles mirostructures. De même, il est possible que l'austénitisation ne soit pas aussi complète qu'on le croit. Si c'est le cas, une partie de la microstructure précédente aurait été conservée à travers les traitements thermiques.

4.3 Dépendance en température de l'acier AISI 4340

La courbe d'hystérésis est mesurée au cours de la chauffe (température croissante). Les mesures magnétiques sont plus fréquentes lorsque la réponse magnétique varie plus rapidement. La chauffe est interrompue lors des mesures magnétiques afin de générer un plateau à température constante. Contrairement aux mesures à température ambiante, la magnétisation n'est pas contrôlée dans l'analyse en température pour l'instant. Le champ magnétique est un sinus de 2 Hz. Le traitement de données, quant à lui, est le même. Ceci implique entre autre un élargissement des courbes par rapport à leurs équivalents si le rythme de magnétisation était contrôlé.

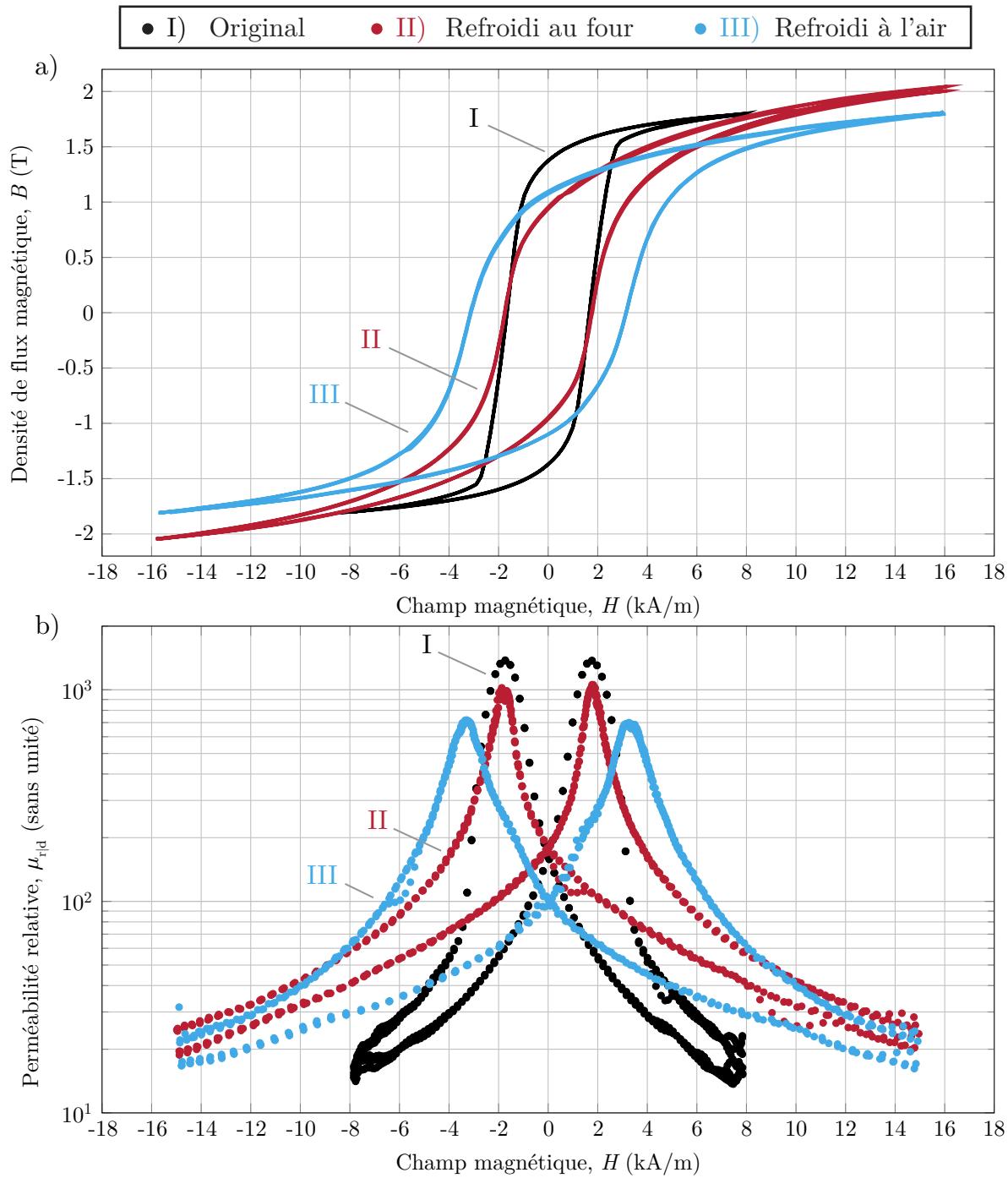


Figure 4.3 Propriétés magnétiques de l'acier AISI 4340 dans trois états métallurgiques différents : I) original, II) refroidi au four et III) refroidi à l'air. On présente a) la courbe majeure d'hystérésis et b) la tangente à la courbe B - H pour illustrer le niveau de saturation.

La figure 4.4 recense les cinq paramètres magnétiques (cf fig. 4.2) présentés de manière individuelle en fonction de la température. L'intérêt de cette séparation des paramètres est de représenter l'évolution de la courbe d'hystérésis de manière compréhensive, selon plusieurs «points de vue». Elle facilite la modélisation de leur impact sur la courbe d'hystérésis. Cependant, pour traiter une centaine de courbes d'hystérésis à la fois, l'identification des cinq paramètres est automatisée, et ceci peut induire une erreur supplémentaire qui est parfois considérable. Les paramètres les plus affectés par l'analyse automatisée sont $\mu_{r|max}$ et H_c . Cette erreur est visible sur les graphes 4.4d et 4.4e à très haute température, où l'on observe une croissance artificielle des propriétés magnétiques.

Dans les faits, au stade d'avancement de ce travail, l'analyse thermomagnétique sert à valider le montage et la préparation d'échantillon. Les lacunes en ce qui concerne le traitement de données limitent encore la précision des propriétés magnétiques à haute température. Malheureusement, l'échantillon à l'état original est exclu de l'étude en température, car le signal utile est difficilement obtenu au travers du bruit présent lors de cette mesure. Ceci résulte d'un mauvais choix de conditions expérimentales. Ce choix a été corrigé dans la mesure des deux états subséquents.

4.3.1 Détermination du point de Curie

La détermination de la température de Curie n'est pas triviale, car la décroissance des propriétés magnétiques se fait graduellement. De plus, l'évolution en température est différente pour chacun des paramètres mesurés. La température critique ainsi déterminée dépend fortement de la définition choisie, qui elle, se résume à un choix soit arbitraire ou propre à une application. Le modèle le plus simple contient deux états : ferromagnétique jusqu'au point de Curie et paramagnétique au-delà de cette température. La plupart des applications en simulation par éléments finis peuvent accepter un modèle en température basé sur l'interpolation d'un tableau de données. Par contre, l'interpolation d'une courbe compliquée, telle une courbe d'hystérésis, est difficile. On pallie ce problème en résumant l'évolution de la courbe entière à l'évolution de plusieurs paramètres de la courbe d'hystérésis. En employant un modèle basé sur une interpolation, la détermination d'une température de Curie est inutile puisque la richesse du phénomène, soit la décroissance graduelle de la réponse magnétique, est modélisée.

Pour déterminer une température critique en guise de critère de comparaison entre deux matériaux, on devrait se fier à l'évolution de la densité de flux rémanente. La saturation, quant à elle, est incomplète lorsque le champ magnétique est de 16 kA/m pour l'acier à l'étude. La pente de la courbe est de $10 \mu_0$ au lieu de tendre vers μ_0 une fois l'échantillon

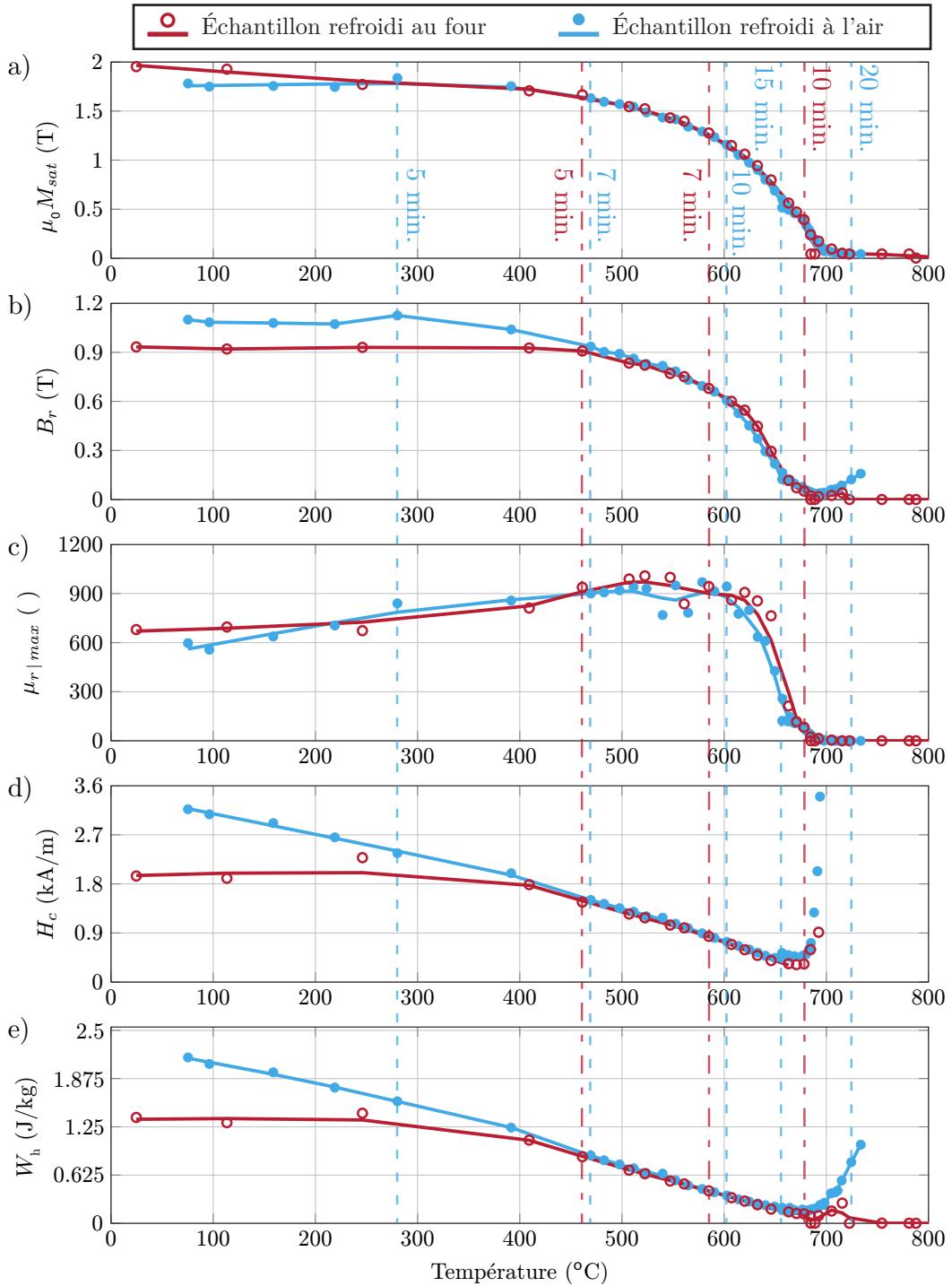


Figure 4.4 On compare l'analyse thermomagnétique de l'échantillon refroidi au four et de l'échantillon refroidi à l'air. Cinq paramètres sont recueillis automatiquement des courbes d'hystérosérisis : a) l'induction à saturation ($\mu_0 M_{sat}$), b) la densité de flux magnétique rémanente (B_r), c) la perméabilité relative maximale ($\mu_r|_{max}$), d) le champ coercitif (H_c) et e) l'aire de la courbe d'hystérosérisis normalisée par la densité (W_h). Les lignes continues moyennent les données et excluent les mesures aberrantes.

saturé magnétiquement. La valeur de $\mu_0 M_{sat}$ est donc forcément plus faible qu'à la saturation complète. De plus, on néglige l'effet de cette magnétisation supplémentaire sur la rémanence B_r . Pour en arriver à cette hypothèse, on se fie au mécanisme de magnétisation dominant à fort champ, soit la rotation des moments magnétiques. Pour s'orienter davantage avec le champ extérieur, leur moment s'éloigne de l'axe facile de magnétisation de la microstructure locale. La saturation quasiparfaite requiert des champs très puissants et le mécanisme se renverse plutôt facilement. Il est possible que la rotation des moments à fort champ ne crée aucune magnétisation rémanente supplémentaire lorsque le champ magnétique redevient nul. Alors que la polarisation magnétique $\mu_0 M_{sat}$ sous-estime la saturation, par le champ magnétique limité (16 kA/m) dans cette étude, on peut avoir davantage confiance en la magnétisation rémanente.

4.3.2 Variabilité de la perméabilité maximale

On observe premièrement une hausse de la perméabilité relative maximale $\mu_{r|max}$ avec la chauffe, notamment de 100°C à 500°C (cf. fig. 4.4c). La cause la plus probable est la réduction des pertes liées aux courant de Foucault qui modifient l'allure de la courbe B - H . Ceci a pour effet de réduire le champ magnétique coercitif mesuré et d'augmenter la pente autour de $B = 0$. Par contre, la hausse de la perméabilité observée n'est pas représentative de l'évolution normale des propriétés magnétiques intrinsèques, car elle est le résultat d'un biais de mesure. Cette variation de la perméabilité maximale est mise en contexte par la figure 4.5. Les zones à observer sont les coudes trop arrondis des courbes, car ils sont la signature des courants de Foucault, particulièrement à basse température. Puisque la vitesse de magnétisation n'est pas contrôlée, telle qu'illustrée à la figure 4.6, une non-uniformité du champ magnétique est notable. Elle s'illustre par une augmentation du champ coercitif ainsi qu'une diminution de la perméabilité relative maximale avec la température. Or, l'augmentation de la résistivité électrique par la hausse de la température réduit l'effet de peau, soit la source dominante de non-uniformité. On observe plus cette tendance autour de 400°C donnant ainsi une meilleure estimation des propriétés intrinsèques. Bref, le contrôle de la vitesse de magnétisation a un grand impact à basse température, et il doit être pris en compte dans l'analyse thermomagnétique au cours des travaux futurs.

4.3.3 Transformations en cours d'analyse

Sur les graphes de B_r , H_c et, par conséquent, W_h (cf. fig. 4.4b, d et e), on remarque une superposition des courbes à partir de 400°C, soit environ 7 minutes après le début de la chauffe. L'écart visible entre les courbes d'hystérésis mesurées à la température ambiante

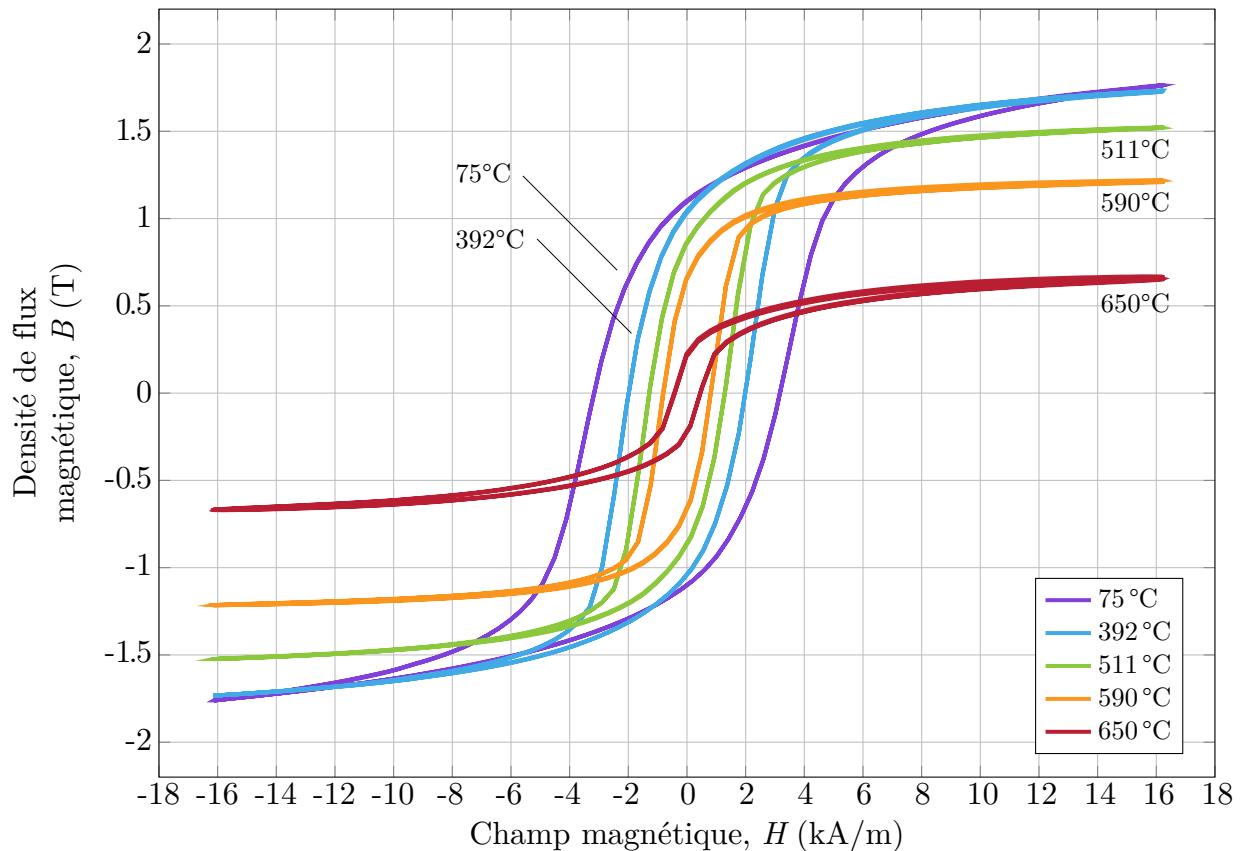


Figure 4.5 Cinq courbes B - H associées à l'état refroidi à l'air sont superposées pour montrer l'évolution des propriétés magnétiques en fonction de la température.

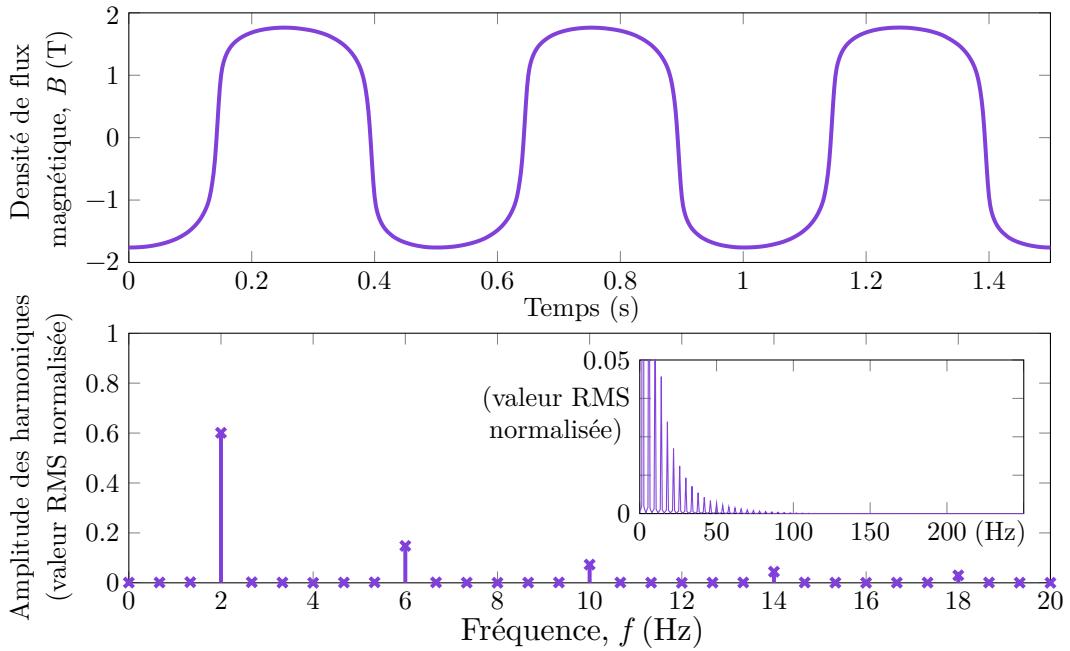


Figure 4.6 On présente la forme d'onde non contrôlée de la densité de flux magnétique sur la section de l'échantillon. Cette mesure a été prise à 75°C, et elle est associée à la courbe B - H de même température à la figure 4.5. Dans ce cas-ci, la dérivée temporelle de la densité de flux magnétique non contrôlée atteind 150 T/s.

n'est donc pas conservé jusqu'au point de Curie. Pour expliquer ce comportement, on stipule que la chauffe lors de l'analyse thermomagnétique transforme l'échantillon pour converger vers le même état de microstructure. La transformation en cours d'analyse serait plus importante dans l'état refroidi à l'air. La martensite se convertit progressivement en mélange de ferrite et de carbure sous l'effet du temps et de la température. Cette transformation s'est déjà effectuée dans l'état refroidi lentement au four. Ce serait donc l'état refroidi à l'air qui semblerait converger vers l'état refroidi au four dans la figure 4.4.

On limite l'analyse à cette hypothèse, puisque l'objectif de ce travail est de développer une méthode de mesure. Par ces observations, on peut conclure que la chauffe lors de l'analyse a un impact important sur les propriétés magnétiques, ce qui nous porte à recommander fortement l'accélération de l'analyse thermomagnétique.

CHAPITRE 5 ANALYSE QUANTITATIVE DES DIVERSES SOURCES D'ERREUR

Afin de discuter de la qualité des résultats que l'on peut obtenir avec la technique de mesure développée dans ce mémoire, il est nécessaire d'évaluer l'incertitude des mesures magnétique. C'est-à-dire l'amplitude de l'intervalle autour de la mesure dans lequel nous sommes confiant que se situe la vraie valeur de ce mesurande. Dans ce travail, le terme incertitude inclut autant les phénomènes non déterministes que les sources d'erreur déterministes résultant d'un modèle imparfait. On identifie sept sources d'erreur, donc sept sources incertitudes, sur B dans la méthode présentée, soit

1. le bruit électromagnétique sur la mesure des tensions ;
2. la superposition imparfaite des cycles de la courbe $B-H$;
3. la mesure du diamètre moyen de l'échantillon ;
4. la mesure du diamètre moyen de la bobine de mesure ;
5. la non-uniformité du parcours magnétique ;
6. l'effet de peau dans l'échantillon ;
7. le courant de fuite.

Chacun de ces éléments contribue à creuser un écart entre la mesure obtenue du couple (H, B) et sa vraie valeur, soit le measurande, que l'on ne peut pas connaître parfaitement. Cet écart absolue est l'erreur de mesure et on schématisé les différentes définitions employées à la figure 5.1. En fonction de la nature de l'erreur, l'incertitude associée est calculée différemment. On présente trois concepts relatifs à l'incertitude : l'erreur aléatoire (non déterministe), l'erreur systématique (déterministe) et la propagation d'incertitude.

Les sources d'erreur dites de nature aléatoire, telles que le point 1, produisent toujours différents résultats autour de la vraie valeur pour plusieurs mesures prises dans les mêmes conditions expérimentales. On associe l'incertitude liée à cette source d'erreur à l'écart-type calculé avec une étude statistique de la distribution des mesures. Selon une loi normale, une incertitude de l'écart-type prévoit que 68% des mesures respecteraient l'intervalle formé par l'incertitude autour de la vraie valeur. Une incertitude de deux écarts types augmenterait cette proportion à 95%, etc.

En contrepartie, une erreur dite systématique est une erreur commune et égale à chaque mesure. Une telle erreur, dont on comprend bien la cause, devrait être corrigée si cela s'avère possible. Dans ce cas, on dit qu'on applique une correction prescrite par un modèle supérieur

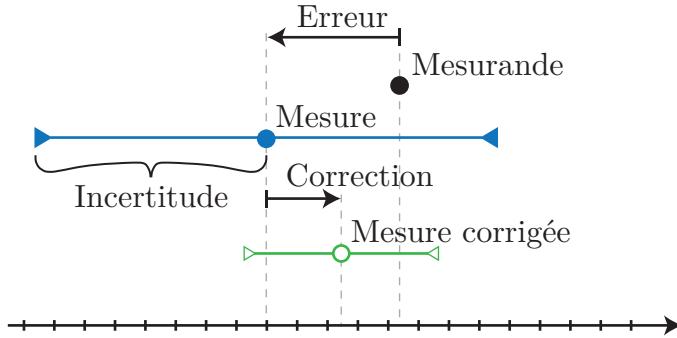


Figure 5.1 On schématise les différentes définitions employées quant à l'incertitude calculée pour palier aux modèles imparfaits de mesure et à l'erreur inévitable entre le mesurande et la mesure.

de la situation. La nouvelle incertitude sur la mesure, après l'application de la correction, est réduite et elle correspond à l'incertitude du modèle qui a défini le terme de correction. Dans le cadre de ce projet, on estime l'erreur en élaborant un modèle plus précis que celui employé lors du déroulement normal de la méthode. La différence résultant de l'application de ce modèle amélioré en comparaison au modèle original nous permet de déterminer un ordre de grandeur pour l'erreur. Cependant, ce modèle amélioré n'est pas utilisé dans les résultats finaux de ce mémoire. L'application d'une correction basée sur la modélisation des erreurs étudiées nécessitent un travail supplémentaire afin de quantifier l'incertitude relatif aux modèles en soi. En refusant de corriger les mesures brutes selon le résultat de la modélisation des sources d'erreur, on se permet de simplifier ces modèles par des hypothèses parfois grossières lorsque ces dernières ajoutent un facteur de sécurité quant à la précision des mesures. Un exemple d'une telle hypothèse est l'emploi de la conductivité électrique de l'acier à 25°C ($\rho_e \simeq 27.5 \mu\Omega\cdot\text{cm}$) pour le calcul d'incertitude associée aux courants de Foucault lors d'une mesure magnétique effectuée à 800°C ($\rho_e \simeq 88.3 \mu\Omega\cdot\text{cm}$) puisque l'incertitude est augmentée.

La propagation d'incertitude consiste à évaluer l'impact sur la courbe B - H d'une incertitude évaluée pour une variable employée dans le modèle de mesures magnétiques. Dans ce travail, on compare le résultat (H, B) original au résultat obtenu à partir de la valeur maximale ou minimale de la variable en considérant son incertitude. La différence est l'incertitude sur la courbe B - H relativement à cette variable. Ceci implique que l'incertitude en terme de densité de champ magnétique dB est calculé indépendamment des autres sources d'incertitude.

Dans le reste de cette section, on aborde en premier l'étude du diamètre de la section de l'échantillon, puis celle de la bobine de mesure. À la troisième et quatrième section, on traite respectivement du bruit électromagnétique sur la mesure des tensions et de la modélisation des fuites de courant à travers de l'isolation électrique. Ensuite, la non-uniformité du champ

magnétique est évaluée selon le parcours magnétique variable et selon l'effet de peau. L'idée d'une calibration du montage par rapport à la perméabilité du vide à haute température est explorée à la section 5.7. On conclut avec une récapitulation sur l'importance relative des diverses sources d'erreur. Cette dernière section est le point culminant du chapitre avec la figure 5.12, sur laquelle on trace chacune des sources d'erreur pour tous les points d'une courbe d'hystérésis mesurée dans ce travail.

5.1 Diamètre de l'échantillon

On obtient une valeur assez précise du diamètre de la section de l'échantillon en moyennant les mesures effectuées à plusieurs dizaines d'endroits. Le processus est schématisé à la figure 5.2. Un pied à coulisse électronique avec 0.01 mm de précision est employé. Les mesures sont prises à intervalles réguliers de 10 degrés le long de la circonférence de l'anneau (du toroïde dans ce cas) de diamètre D . Une attention particulière est portée pour que la mesure soit prise dans le plan de la section, soit perpendiculaire à la circonférence de l'anneau. On note le diamètre minimal $d_{0|min}$ et maximal $d_{0|max}$ observés lors d'une rotation de la section de l'échantillon entre les pinces du pied à coulisse. On associe l'aire de la section S_0 à celle d'une ellipse où $d_{0|min}$ et $d_{0|max}$ sont perpendiculaires :

$$S_0 = \pi \frac{d_{0|min}}{2} \frac{d_{0|max}}{2} . \quad (5.1)$$

On moyenne les aires sur la totalité des points de mesure pour obtenir $\langle S_0 \rangle$ et on calcule le diamètre moyen $\langle d_0 \rangle$ dans le cas d'une section, cette fois-ci, parfaitement circulaire :

$$\langle d_0 \rangle = \sqrt{4\langle S_0 \rangle / \pi} . \quad (5.2)$$

L'incertitude dd_0 est égale à deux écarts types $\sigma_{\langle d_0 \rangle}$ sur $\langle d_0 \rangle$ tel que

$$\sigma_{\langle d_0 \rangle} = \sqrt{\frac{\sum (d_{0|min} \cdot d_{0|max} - \langle d_0 \rangle^2)^2}{n-1}} . \quad (5.3)$$

Par cette approche, un échantillon ayant un diamètre nominal de 5 mm a un diamètre moyen mesuré de $\langle d_0 \rangle = 4.99 \pm 0.05$ mm. On représente l'incertitude en terme de densité de champ magnétique dB_{S_0} par la dérivé de l'équation 3.9 selon la variable S_0 :

$$\pm dB_{S_0} = \mp \frac{dS_0}{S_0^2} \left(\int \frac{-V_{ind}}{N_2} dt - \mu_0 H S_2 \right) \pm \mu_0 H dS_0 . \quad (5.4)$$

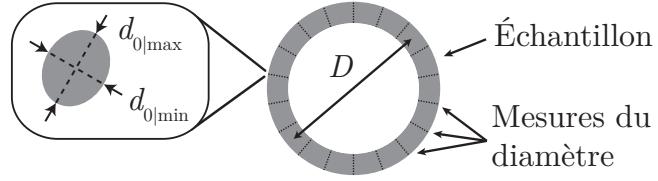


Figure 5.2 Pour avoir une valeur précise du diamètre moyen de l'échantillon, on fait une analyse à partir de mesures prises à une trentaine de positions différentes. À chaque position, on mesure le diamètre minimal et maximal.

L'incertitude sur l'aire dS_0 est reliée à l'incertitude sur le diamètre, i.e.

$$\begin{aligned}
 \pm dS_0 &= (S_0 \pm dS_0) - S_0 \\
 &= \pi \frac{(d_0 \pm dd_0)^2}{4} - \pi \frac{(d_0)^2}{4} \\
 &= \frac{\pi}{4} (\pm 2 d_0 dd_0 + dd_0^2) . \tag{5.5}
 \end{aligned}$$

En guise d'application numérique, on choisit les valeurs suivantes qui coïncident avec le point de la courbe B - H où cette erreur est maximale :

$$\begin{aligned}
 d_0 &= 4.99 \text{ mm} ; \\
 dd_0 &= 0.05 \text{ mm} ; \\
 d_2 &= 7.33 \text{ mm} ; \\
 N_2 &= 277 \text{ tours} ; \\
 H \left(dB_{S_0} \Big|_{\max} \right) &= 16.0 \text{ kA/m} ; \\
 \int V_2 dt &= 10.0 \text{ mV} \cdot \text{s} ; \\
 dB_{S_0} \Big|_{\max} &= 36 \text{ mT (2.0\%)} . \tag{5.6}
 \end{aligned}$$

On obtient alors une incertitude dB_{S_0} , dépendante du champ magnétique, avec une valeur maximale de l'ordre de 36 mT (2.0%).

5.2 Impact des spires de rayons différents

L'erreur sur la mesure du diamètre de la bobine de mesure et la variabilité du diamètre d'une spire à l'autre sont étudiées. Premièrement, on analyse le lien entre l'erreur sur B_0 et l'erreur sur d_2 . En deuxième lieu, on évalue l'incertitude sur d_2 pour l'échantillon actuel.

De manière équivalente à l'équation 5.4 et 5.5, on dérive la densité de flux en fonction de la

section du secondaire S_2 :

$$\pm dB_{S_2} = \pm \frac{1}{S_0} (\mu_0 H dS_2) \quad (5.7)$$

où

$$\pm dS_2 = \frac{\pi}{4} (\pm 2 d_2 dd_2 + dd_2^2) . \quad (5.8)$$

Dans le traitement de données, on emploie l'aire moyenne des spires S_2 au lieu de considérer la somme des produits $\vec{B} \cdot \vec{S}$ propre à chaque spire. Pour cette raison, on définit un diamètre moyen $\langle d_2 \rangle$ associé à la bobine de mesure :

$$\langle d_2 \rangle = \frac{\sqrt{\sum d_2^2}}{N_2} . \quad (5.9)$$

Considérant une bobine de mesure fictive, une erreur de 0.1 mm sur un diamètre moyen de 6.0 mm, autour d'un échantillon de 5.0 mm de diamètre, représente une erreur dB_{S_2} de $0.048 \mu_0 H$ ($\sim 0.05\%$ à 16 kA/m et $\sim 0.6\%$ à 200 kA/m) sur la densité de flux magnétique provenant de l'échantillon.

L'utilisation d'un moule, tel que présenté à la section 3.3.2, permettrait d'obtenir une précision similaire à celle sur la section de l'échantillon, soit 0.1 mm ($\sim 1.7\%$). Cette approche est fortement recommandée pour les itérations futures du projet. Cependant, pour des raisons reliées au temps de développement, nous n'avons pas réalisé de moule pour nos échantillons, ce qui augmente considérablement l'incertitude sur le diamètre d_2 à environ 0.7 mm ($\sim 9.5\%$). Contrairement au cas avec un moule, la première couche de céramique actuelle, entre la bobine de mesure et l'échantillon, a une épaisseur peu contrôlée.

Dans le cas présent, l'approche adoptée pour quantifier l'erreur sur la section de la bobine a été de mesurer la taille de chaque spire individuellement en employant des techniques de traitement d'images. Le détail de cette technique, incluant la détermination de l'incertitude pour le diamètre, est présenté à l'annexe B. Le résultat est satisfaisant pour la preuve de concept dans ce travail, mais la mesure du diamètre par traitement d'image s'avère une mauvaise approche pour réaliser des mesures de qualité.

En guise d'application numérique sur l'échantillon actuel, on choisit les valeurs suivantes, qui coïncident avec le point de la courbe B - H où l'erreur sur la section S_2 de la bobine de mesure

a un impact maximal sur la densité de flux B :

$$\begin{aligned}
 d_2 &= 7.33 \text{ mm} ; \\
 dd_2 &= 0.7 \text{ mm} ; \\
 d_0 &= 4.99 \text{ mm} ; \\
 N_2 &= 277 \text{ tours} ; \\
 H \left(dB_{S_2} \Big|_{\max} \right) &= 16.0 \text{ kA/m} ; \\
 \int V_2 dt &= 10.0 \text{ mV} \cdot \text{s} ; \\
 dB_{S_2} \Big|_{\max} &= 8.6 \text{ mT (0.45\%)} . \tag{5.10}
 \end{aligned}$$

On obtient alors une incertitude dB_{S_2} , dépendante du champ magnétique, avec une valeur maximale de l'ordre de 8.6 mT (0.45%).

On conclut l'analyse de la variabilité du diamètre des spires en observant qu'une technique de traitement d'image, avec la résolution actuelle, n'est pas viable dans la méthode de mesure magnétique. L'utilisation d'un moule pour former la céramique sous la bobine de mesure est fortement suggérée pour réduire l'incertitude à $0.048 \mu_0 H$ ($\sim 0.05\%$ à 16 kA/m). La technique employée dans ce travail implique une incertitude de $0.43 \mu_0 H$ ($\sim 0.5\%$ à 16 kA/m), soit environ dix fois plus grande, tout en demeurant raisonnable.

5.3 Amplitude du bruit sur la mesure des tensions

Chaque entrée de la carte d'acquisition est précédée d'un filtre analogique avec une fréquence de coupure de 500 Hz. Celui-ci est essentiel pour diminuer le bruit sur les mesures à un niveau acceptable. On évalue ce bruit lorsque le montage est complet, qu'un échantillon est connecté et que tous les instruments sont en fonction. Pour 4 secondes, aucune tension n'est envoyée et on enregistre les signaux. Les mesures oscillent avec une amplitude de $23 \mu\text{V}_{RMS}$ autour d'une valeur stable. La distribution en fréquence est relativement uniforme sur la plage de fréquence de 0.25 à 250 Hz.

Lors d'une mesure magnétique, la tension induite dans la bobine de mesure est mesurée directement et l'acquisition du courant se fait avec un facteur d'échelle de 20x : un signal de 1 V indique un courant de 20 A. En considérant un bruit de $23 \mu\text{V}$ sur l'entrée, on peut prévoir une incertitude de 0.46 mA sur le courant.

Ces valeurs sont traduites en terme d'incertitude sur la densité de flux magnétique et sur le

champ magnétique respectivement par

$$\pm dB_{dV} = \mp \frac{1}{S_0} \frac{dV_2}{N_2} dt \quad (5.11)$$

et

$$\pm dH_{dV} = \pm \frac{N_1 dI}{\pi D} . \quad (5.12)$$

Pour un échantillon préparé selon le tableau 3.1, on dérive une incertitude de $dB_{dV} = 4.3$ mT et $dH_{dV} = 0.37$ kA/m. Ce niveau d'incertitude pour la densité de flux magnétique est négligeable par rapport aux incertitudes déterminées ci-dessus pour d'autres sources d'erreur. Par contre, l'incertitude sur le champ magnétique est élevée. On choisit d'ajouter un filtre numérique à 50 Hz pour la réduire. Ce filtre n'affecte pas les résultats. La figure 3.7 montre que le contenu harmonique est bien en-dessous de la fréquence de coupure.

5.4 Fuite de courant dans la céramique

Une hypothèse faite lors des mesures est que l'entièreté du courant demeure dans le fil conducteur, autant pour la bobine d'excitation que pour la bobine de mesure. Cependant, les céramiques ont tendance à augmenter en conductivité en fonction de la température. On peut prévoir une augmentation de 4 à 6 ordres de grandeur sur 800°C. Dans une telle situation, l'hypothèse initiale ne tient plus. Une fuite de courant a un grand impact dans le calcul du champ magnétique (à la bobine d'excitation) et dans le calcul de la densité de flux magnétique (à la bobine de mesure). Il est nécessaire de développer un modèle pour évaluer l'erreur de mesure en fonction de la résistivité de la céramique.

5.4.1 Fuites spire-acier

Pour évaluer l'ampleur des fuites parcourant l'échantillon, on élabore un circuit équivalent qui modélise l'interaction de chacune des spires avec l'échantillon et l'isolation. Pour simplifier le modèle, imaginons une seule bobine autour d'un échantillon fermé où l'isolation électrique entre la bobine et l'échantillon ainsi que l'isolation inter-spirale sont assurées par de la céramique. Modélisons chaque début de spire comme un noeud où le courant peut prendre trois chemins : le fil conducteur de la bobine, la céramique inter-spirale et la céramique spire-acier. On calcule une résistance équivalente pour chacun de ces chemins et on crée un modèle du circuit équivalent, tel qu'illustré à la figure 5.3.

La bobine est représentée par les résistances R_1 , soit la résistance d'une spire conductrice

en parallèle avec les fuites inter-spire. La résistivité de l'échantillon est considérée lorsqu'on calcule la résistance R_3 d'un segment de l'échantillon de la largeur d'une spire. Puisque l'échantillon forme un anneau, un courant de fuite peut contourner l'enroulement en entier et passer des premières spires directement aux dernières. Dans un tel cas, la distance d'échantillon entre les entrées de courant représente environ 10 largeurs de spire, soit $R_4 = 10R_3$. Le circuit équivalent forme alors une boucle. On résoud ce problème de N spires avec une méthode matricielle des mailles de Kirchhoff. On regroupe les mailles en 3 types :

- N mailles où la différence de potentiel est nulle en passant par $R_1-R_2-R_3-R_2$;
- 1 maille avec la source de tension $V_B - V_A$ et les résistances $R_2-R_4-R_2$;
- 1 maille où la différence de potentiel est nulle suite à un tour complet dans l'échantillon $(R_4 + \sum_{i=1}^N R_3)$.

La résolution du modèle a été vérifiée avec un problème simple à trois spires et plusieurs combinaisons de valeurs de résistances.

Pour estimer l'erreur de mesure commise, on évalue la différence de champ magnétique créé entre un courant restreint à la bobine et un courant modélisé avec fuites. L'erreur de fuite, identifiée par l'indice ρ , fait alors référence à une quantité en Ampère-Spire telle que

$$\frac{dH_\rho}{H_0} = \frac{NI_0 - \sum_{i=1}^N I_{R_i}}{NI_0}, \quad (5.13)$$

où I_0 et H_0 sont des valeurs nominales, soit le courant total injecté dans la bobine d'excitation et le champ magnétique calculé au centre de la section respectivement. On choisit les quantités présentées au tableau 5.1 pour modéliser un cas où les fuites inter-enroulements seraient exagérées par rapport à celles dans l'échantillon actuel. Les résultats, en terme d'erreur de fuite, sont présentés au tableau 5.2.

Le résultat principal du tableau 5.2 est l'évaluation d'une erreur significative pour les céramiques ayant une résistivité relativement faible. On note que $10^4 \Omega \cdot \text{m}$ à 850°C est une limite inférieure de la résistivité qu'on doit se fixer pour avoir confiance en nos mesures. La figure 5.4 aide à comprendre la source de cette erreur : les fuites vers l'échantillon. Dans l'architecture de l'échantillon, le secondaire est l'enroulement proche du coeur. Une source d'erreur de ce modèle provient du fait qu'une tension induite est générée au sein de chaque spire au lieu de se former aux extrémités. La conclusion demeure cependant la même : une isolation trop faible du coeur permet à des courants de circuler et de diminuer la différence de potentiel que l'on veut mesurer.

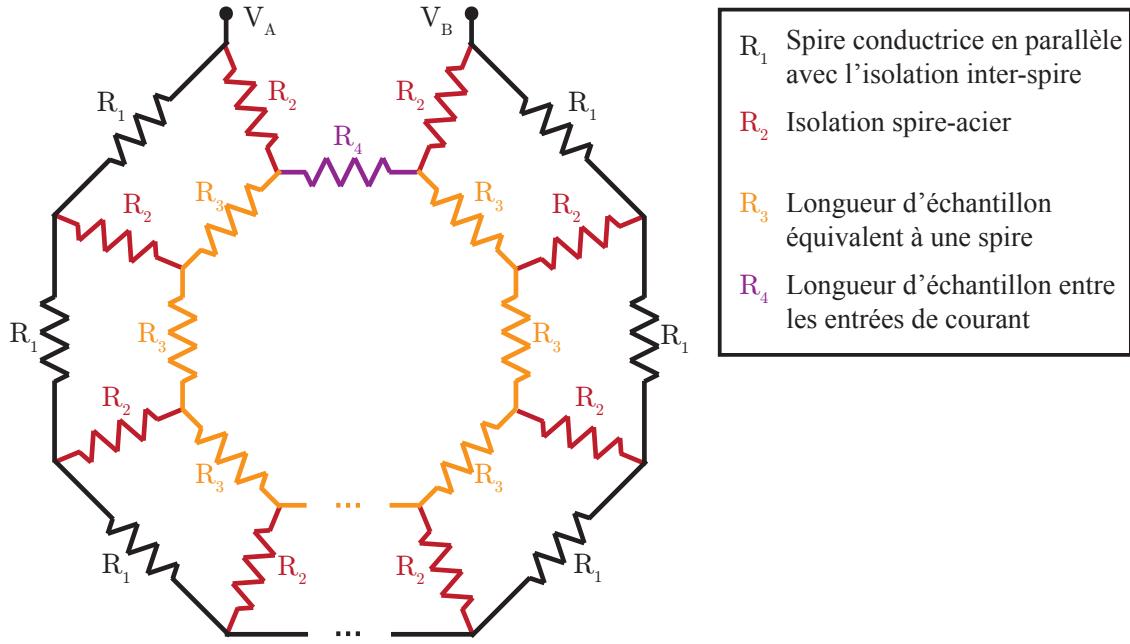


Figure 5.3 Modèle simplifié de l'architecture d'un enroulement encastré dans la céramique avec présence de courants de fuites interspire et, surtout, au travers de l'échantillon.

Tableau 5.1 Paramètres du modèle de circuit équivalent de courants de fuite.

Définition	Détail	Valeur
Température de comparaison	T	850°C
Facteur de remplissage	$F = \frac{(d_{fil})^2}{(d_{fil+isolation})^2}$	0.64
Diamètre du fil	d_{fil} , (AWG24)	0.5 mm
Épaisseur de céramique spire-acier	e_{ceram}	0.25 mm
Résistance d'une spire de cuivre	$R_{spr} = \frac{\rho_{cu} L_{fil/spire}}{S_{fil}}$	6.3 mΩ
Résistance inter-spire	$R_{int-spr} = \frac{\rho_{ceram} d_{inter-spire}}{S_{inter-spire}}$	Voir tableau 5.2
Résistance spire-acier	$R_{spr-aci} = \frac{\rho_{aci} d_{spire-aci}}{S_{spire-aci}}$	Voir tableau 5.2
Résistance de l'échantillon	$R_{aci} = \frac{\rho_{aci} d_{inter-spire}}{S_{aci}}$	0.028 mΩ

Tableau 5.2 Impact de la résistivité de la céramique sur l'erreur de fuite.

	ρ_{ceram} ($\Omega \cdot \text{m}$)			
	10^0	10^2	10^4	10^6
$R_{int-spr}$	11.6 Ω	1.16 $\text{k}\Omega$	116 $\text{k}\Omega$	11.6 $\text{M}\Omega$
$R_{spr-aci}$	22.1 Ω	2.21 $\text{k}\Omega$	221 $\text{k}\Omega$	22.1 $\text{M}\Omega$
$\text{d}H_\rho/H_0$	52 %	1.3 %	0.013 %	1.3×10^{-3} %

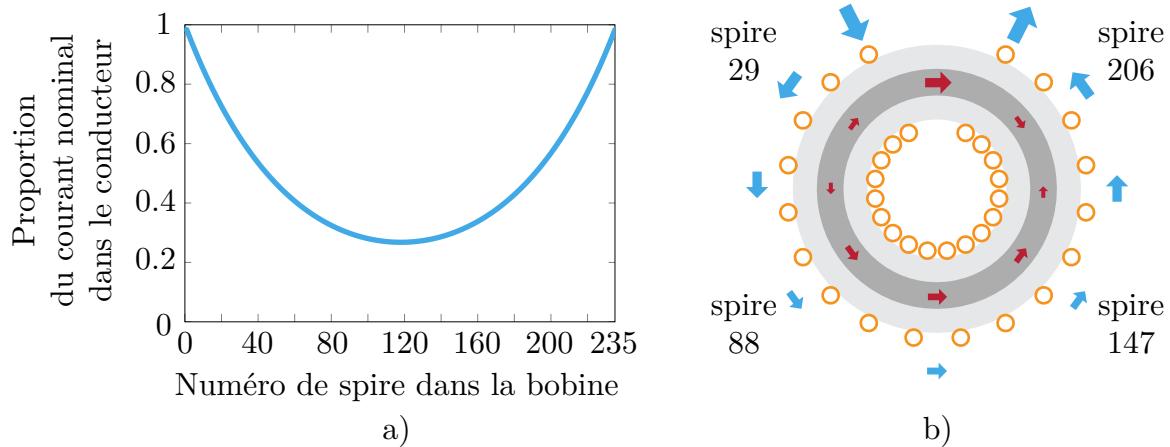


Figure 5.4 a) À partir du circuit équivalent, on montre la proportion du courant dans la bobine en fonction de la position pour une céramique ayant une résistivité de $10^0 \Omega \cdot \text{m}$ et une bobine particulièrement rapprochée de l'échantillon. b) La distribution des courants dans la bobine (en bleu) et dans l'échantillon (en rouge) est illustrée par des flèches ayant une aire proportionnelle à l'amplitude.

5.4.2 Fuites inter-enroulements

On poursuit l'analyse des fuites de courant dans la céramique. Il est établi qu'il est possible de négliger l'impact de ces fuites sur le courant dans l'enroulement. Cependant, on ne néglige pas la présence de fuites dans la céramique pour autant. Il reste à évaluer l'impact de ces fuites sur la tension mesurée à la bobine de mesure, car il est possible que les fuites influencent la mesure du flux magnétique.

Le modèle présenté à la figure 5.5 est différent de celui de la figure 5.3, car le cercle interne de résistances n'est pas refermé. Il représente la bobine de mesure qui est connectée à une carte d'acquisition avec une mesure différentielle. Les entrées sont isolées de la masse par des résistances R_4 de $10\text{ G}\Omega$. Celles-ci sont connectées aux bornes de la bobine de mesure, placées du côté opposé aux bornes de la bobine d'excitation. On résout le problème par une méthode nodale cette fois-ci.

Pour une résistivité de $10^6\text{ }\Omega\cdot\text{m}$ et une distance inter-enroulement de 2 mm, les courants de fuite impliquent une chute de potentiel résistive additionnelle aux bornes de la bobine de mesure. Ils provoquent une erreur considérable sur la mesure de la densité de flux en deux composante : une élévation de la tension commune aux bornes (\hat{V}_{fuite}) et une différence de potentiel entre les bornes (ΔV_{fuite}).

La composante commune aux deux bornes de la bobine de mesure ($V_{2|\text{mode commun}}$), incluant le mode commun provenant des courants de fuite \hat{V}_{fuite} , est atténuée par le rapport de rejet du mode commun (CMRR) de l'amplificateur de la carte d'acquisition. Pour ce montage, le CMRR est de -100 dB . Ceci se traduit par une incertitude sur la tension au secondaire de $\pm 10^{-5} V_{2|\text{mode commun}}$. Le rapport entre le mode commun de la tension de fuite et la tension au primaire V_1 est calculé à 0.50, mais la proportion de ce ratio qu'on mesure est définie par le CMRR (-100 dB). Pour diminuer ce ratio, il faut augmenter la distance inter-enroulements ou augmenter la résistivité de la céramique.

Superposée à ce mode commun, on calcule une différence de potentiel $\Delta V_{fuite} \approx 4 \times 10^{-7}\text{ V}$ entre les bornes de la bobine de mesure. Elle est causée uniquement par les fuites de courant. Celle-ci est entièrement mesurée par la carte d'acquisition et elle crée une erreur dans la mesure de la densité de flux magnétique. Les fuites, autant \hat{V}_{fuite} que ΔV_{fuite} , sont en phase avec la tension au primaire V_1 . L'erreur sur la densité de flux est exprimée par

$$dB_{fuite} = \frac{\int \text{CMRR } \hat{V}_{fuite} dt}{N_2 S_0} + \frac{\int \Delta V_{fuite} dt}{N_2 S_0} . \quad (5.14)$$

En effectuant l'application numérique avec une tension de 20 V au primaire, on obtient une

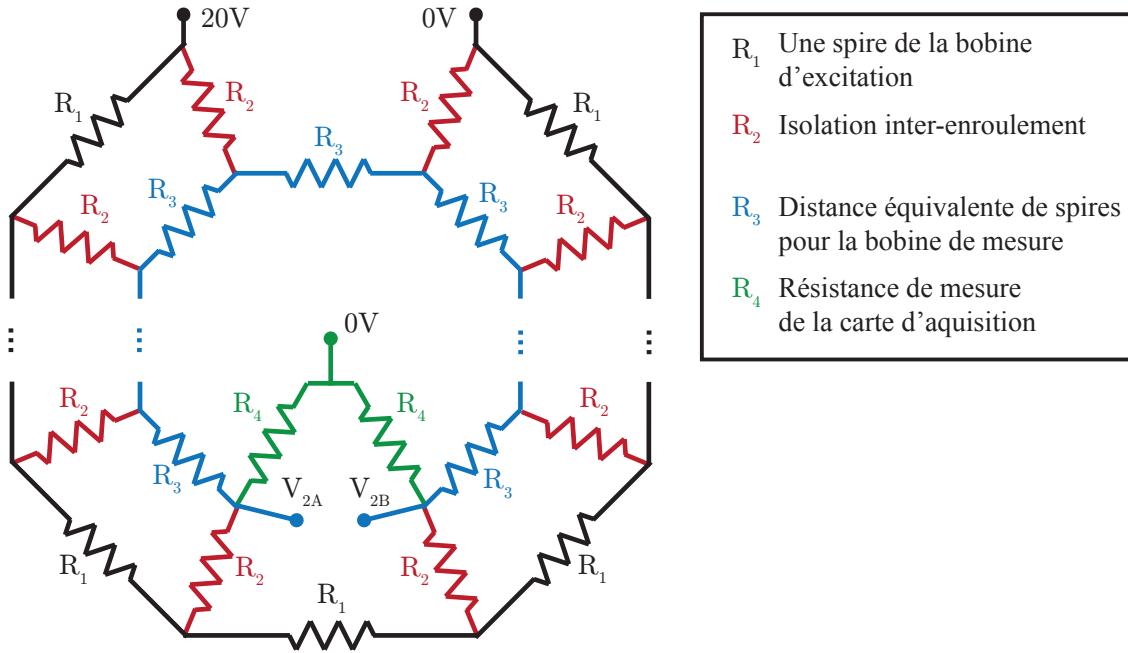


Figure 5.5 Modèle de deux enroulements encastrés dans la céramique. On évalue l'influence des fuites provenant du primaire sur la mesure de la tension induite au secondaire.

incertitude sur la densité de flux magnétique de 0.8 mT au maximum, donc de l'ordre du négligeable. Ce maximum survient au champ coercitif :

$$dB_{fuite} \Big|_{H \rightarrow 0} = \frac{\int (\pm 10^{-5} \times 0.5 V_1 + 4.0 \times 10^{-7} V_1) dt}{N_2 S_0} . \quad (5.15)$$

De plus, une tension $0.5 V_1$, potentiellement dangereuse, est appliquée aux entrées de la carte. Cette deuxième conclusion est bien plus importante, car il est tout à fait possible d'exciter le primaire avec 120 V dans certaines conditions. Ceci endommagerait l'équipement du montage, et il faut donc prendre les précautions qui s'imposent.

Il serait possible de mesurer directement le potentiel supplémentaire à la bobine de mesure qu'engendrent ces fuites. Cependant, cette analyse permet de déduire que leur impact sur les mesures finales est négligeable. On doit plutôt mettre l'accent sur la réduction du mode commun pour protéger la carte d'acquisition et pour réduire le besoin d'avoir une grande plage dynamique au sein de la mesure de tension. On peut atteindre cet objectif en éloignant la bobine d'excitation de la bobine de mesure, soit aux dépens de l'amplitude maximale du champ magnétique.

5.5 Parcours magnétique non uniforme

Le champ magnétique dans un toroïde n'est pas uniforme sur toute sa section, tel qu'illustré à la figure 5.6. Le champ a tendance à être plus intense du côté rapproché du centre du toroïde, car le parcours magnétique y est plus court. La non-uniformité du champ magnétique mène à une magnétisation variable au travers du volume. Or, la méthode actuelle mesure inévitablement le flux magnétique total traversant la bobine de mesure, sans information sur la distribution de la densité de flux locale au sein de la section. Les propriétés magnétiques sont non linéaires et le calcul de cette moyenne induit une erreur sur la propriété magnétique associée à chacune des valeurs de champ magnétique. On évalue dans cette section l'écart sur H , puis sur $\int B \, dS$.

5.5.1 Calcul de l'écart sur le champ H

Une analyse couramment retrouvée dans les livres d'électromagnétisme dérive le champ magnétique au centre d'un anneau à partir de la loi d'Ampère

$$\oint \vec{H} \cdot d\vec{l} = \int \vec{J} \cdot d\vec{S} . \quad (5.16)$$

En considérant la symétrie cylindrique d'un anneau ou d'un toroïde, l'équation s'écrit selon la position ρ dans le plan de l'anneau

$$|\vec{H}| \cdot 2\pi\rho = N I_0 . \quad (5.17)$$

On définit la non-uniformité du champ comme l'écart dH_ρ normalisé par rapport au champ H_0 au centre de la section :

$$\begin{aligned} \frac{dH_\rho}{H_0} &= \frac{(H_{\text{intérieur}} - H_{\text{extérieur}})/2}{H_{\text{centre}}} , \\ &= \frac{(H(D/2 - d_0/2) - H(D/2 + d_0/2))/2}{H_0} , \\ &= \frac{1}{\mathcal{R} - \frac{1}{\mathcal{R}}} , \end{aligned} \quad (5.18)$$

$$\text{où } \mathcal{R} = \frac{D}{d_0} > 1 . \quad (5.19)$$

En étudiant la fonction de non-uniformité (dH_ρ/H_0), on remarque qu'il est avantageux d'augmenter le ratio D/d_0 pour réduire la différence de longueur du parcours magnétique dans la section de l'échantillon (revoir figure 3.9 pour les définitions de D et d_0).

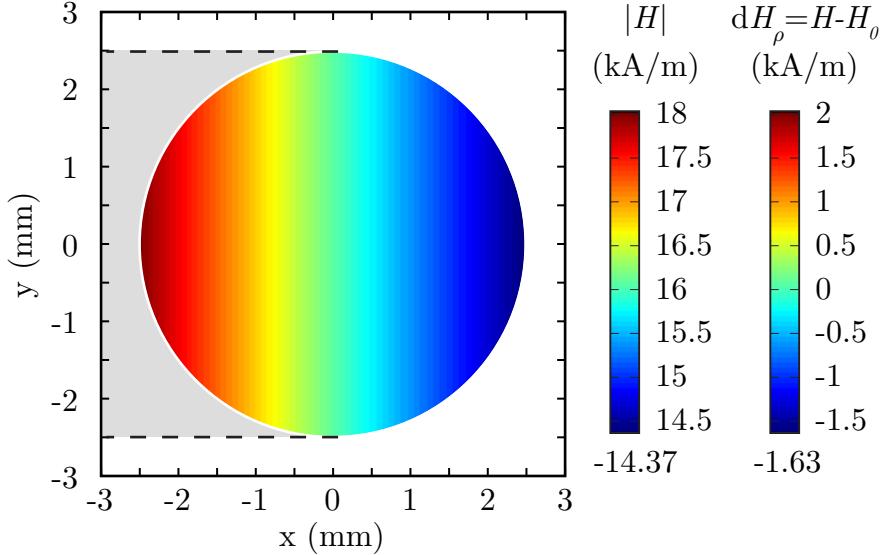


Figure 5.6 On présente la distribution d'un champ magnétique stationnaire de $H_0 = 16$ kA/m dans un échantillon toroïdal selon la loi d'Ampère. Le parcours magnétique variable au sein de la section influence l'amplitude locale du champ magnétique.

Le tableau 5.3 illustre l'amplitude de la non-uniformité dans la section du toroïde. On remarque que la géométrie actuelle induit une variation de 11%, i.e. le champ vers l'intérieur est 12.5% plus grand que le champ H_0 au centre, et le champ vers l'extérieur est 10% plus faible que H_0 . Rendre cette variation négligeable, en ajustant les dimensions de l'échantillon, ajoute des défis. Pour travailler avec une uniformité à 1%, les échantillons devraient être de l'ordre de 50 cm de diamètre. La quantité de matériel augmente rapidement ainsi que la résistance du fil cuivre. Un facteur 10 sur le diamètre s'applique aussi sur la tension. Par conséquent, l'amplificateur et l'isolation spire-acier devraient gérer cette tension accrue, ce qui devient irréaliste dans certaines conditions.

Tableau 5.3 Le ratio des rayons du toroïde n'est pas à négliger.

Ratio \mathcal{R}	6	9	20	40	100
Dimensions	15 mm 2.5 mm	22.5 mm 2.5 mm	50 mm 2.5 mm	100 mm 2.5 mm	250 mm 2.5 mm
dH_ρ/H_0	17 %	11 %	5.0 %	2.5 %	1.0 %

5.5.2 Propagation de l'erreur sur la densité de flux B

On doit exprimer l'erreur en terme de B pour bien évaluer l'impact du ratio \mathcal{R} des deux rayons sur la mesure des propriétés magnétiques. D'une part, la distribution du champ magnétique n'est pas symétrique par rapport au centre de la section, donc la région intérieure ne compense pas la région de rayon supérieur. D'autre part, la relation entre B et H est non linéaire et hystérotique.

Pour obtenir la solution à ce problème, il faut faire la déconvolution entre la distribution de champ magnétique et le flux magnétique. Une approche itérative est utilisée pour ce calcul. La distribution de champ magnétique dans la section est bien connue. Ainsi, pour chaque valeur de H , on estime l'erreur actuelle représentée par le problème :

$$\begin{aligned} V_2 &= -N_2 \iint_{S_2} \frac{\partial B(\rho)}{\partial t} dS \\ \int \frac{V_2}{N_2} dt &= - \iint_{S_2} \mu(H) H(\rho) dS \\ \Phi(H_0) &= - \int_{\frac{D}{2} - \frac{d_0}{2}}^{\frac{D}{2} + \frac{d_0}{2}} \mu(H) \frac{N_1 I}{2\pi\rho} \sqrt{\frac{d_0^2}{2} - \left(\rho - \frac{D}{2}\right)^2} \rho d\rho \end{aligned} \quad (5.20)$$

Le terme associé à l'intégrale de surface peut être sorti de la dérivée temporelle, car la surface est indépendante du temps. On converge vers une fonction $\mu(H)$ qui prend en compte la distribution non uniforme du champ magnétique.

L'erreur de mesure est définie telle que

$$dB_\rho = \frac{B(H_0) - \Phi(H_0)/S_0}{B(H_0)} . \quad (5.21)$$

Cette erreur est fortement dépendante du matériau à l'étude, car elle dépend des valeurs de H , et donc $\mu(H)$, aux alentours de H_0 . On soumet trois courbes B - H intrinsèques de matériau fictif, présentées à la figure 5.7, pour illustrer numériquement cette dépendance. Par simplicité, seules les branches au trait plein sont étudiées. À partir de ces matériaux fictifs, on calcule le flux magnétique $\Phi(H_0)$ pour chaque valeur de champ magnétique nominal H_0 selon l'équation 5.20. Ce calcul considère un parcours magnétique non-uniforme et une géométrie toroïdale ($D = 45.0$ mm et $d = 5.0$ mm). En quelque sorte, ce flux représente les données expérimentales et, contrairement à des mesures réelles, le matériau fictif est bien connu. Ensuite, on dérive les propriétés B - H à partir de $\Phi(H_0)$ distribué uniformément sur la section S , comme il en est question dans la méthode actuelle. On présente ce résultat par les marqueurs superposés à leur courbe de référence à la figure 5.7a. L'erreur absolue est mise

en évidence à la figure 5.7b.

L'erreur devient problématique lorsqu'il y a un coude abrupt à fort champ dans la courbe d'hystérésis intrinsèque. Il est à noter que l'acier 4340 austénitique ressemble à la courbe m_1 , mais on peut s'attendre à une erreur inférieure, car la pente maximale et le champ coercitif sont, tous deux, plus faibles. Ceci dit les courbes m_1 et m_2 présentent une erreur maximale acceptable sur la mesure du flux magnétique, soit environ 3.5 mT pour m_2 qui ressemble à notre échantillon.

5.6 Diffusion lente dans l'échantillon (effet de peau)

L'emploi d'une fréquence basse et d'un contrôle sur la vitesse de magnétisation réduit la non-uniformité du champ par effet de peau. Par contre, il y a une augmentation du temps de mesure ainsi que de certaines sources d'erreur présentées précédemment. Il est nécessaire de développer un modèle capable d'évaluer le biais de mesure commis en fonction de la fréquence.

Pour estimer l'erreur commise par cette diffusion lente du champ magnétique, on construit un modèle ayant une géométrie simplifiée : un cylindre infini. L'objectif de ce modèle est de simuler la distribution de magnétisation dans la section en fonction de l'excitation employée, telle qu'illustré à la figure 5.8. Un modèle idéal utiliserait la meilleure approximation de la courbe B - H en guise de propriétés magnétiques non-linéaires avec hystérésis. Bien que ce calcul par élément fini soit réalisable, seule une borne sur l'erreur est désirée. Dans la version actuelle de ce modèle, on néglige alors l'hystérésis et on impose une perméabilité constante et uniforme, qui provoque la plus grande non-uniformité du champ.

La perméabilité choisie correspond à la pente maximale observée sur la courbe B - H . Une géométrie cylindrique est employée pour avoir une section circulaire et un parcours magnétique parfaitement uniforme. On ne considère pas la non-uniformité du parcours magnétique provenant de l'aspect annulaire d'un toroïde. La distribution du champ magnétique est calculée pour plusieurs vitesses d'excitation $\partial H / \partial t$. Le résultat est présenté à la figure 5.9. La différence de champ dH_ω entre le centre et la surface tend vers une valeur constante, soit un régime permanent en terme de dH_ω , pour une augmentation linéaire du champ H ($\partial H / \partial t$ constant et non nul). On présente alors la différence de champ, par rapport à sa valeur en surface, en fonction de la position radiale ρ . Il n'y a aucune dépendance à l'amplitude du champ, seule la dérivée temporelle affecte la non-uniformité du champ.

Ces données servent ultimement à former un abaque, propre à ce matériau, qui relie le rythme de variation du champ magnétique en surface avec sa distribution dans la section de l'échantillon. On peut ainsi estimer l'erreur dB_ω résultant d'une diffusion trop lente du

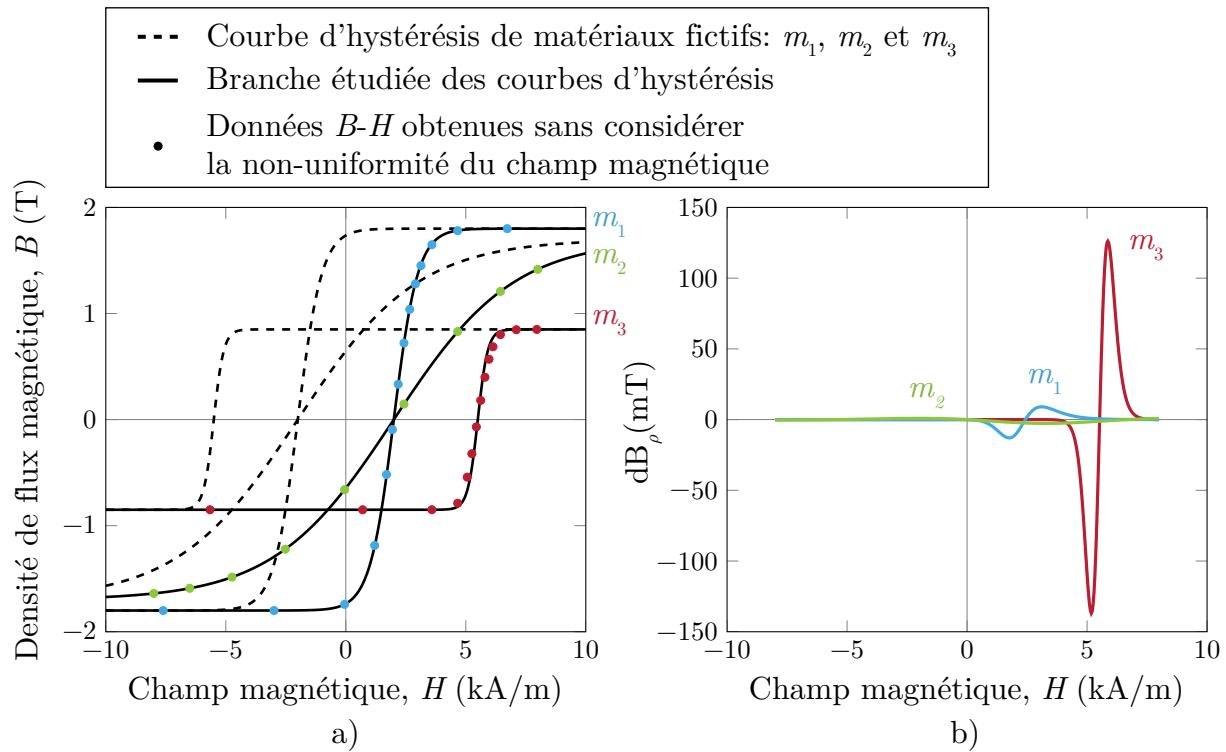


Figure 5.7 a) On présente la courbe d'hystérésis de trois matériaux fictifs. Seules les branches croissantes, au trait plein, sont étudiées. b) L'erreur absolue provenant du parcours magnétique non-uniforme est calculée.

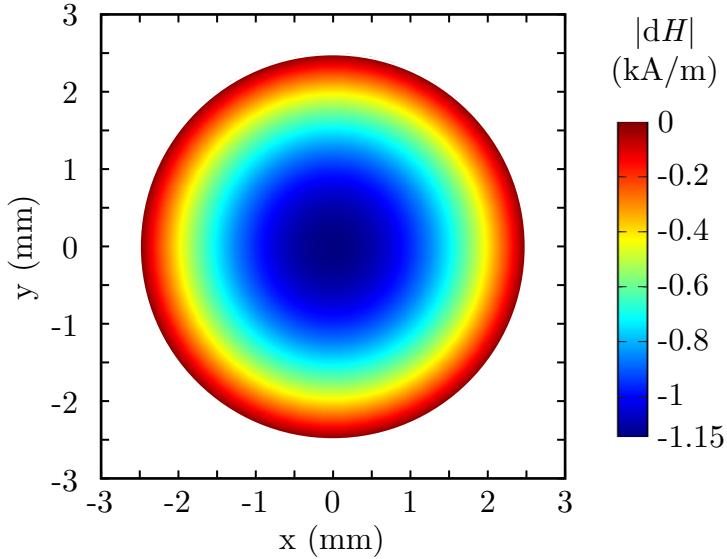


Figure 5.8 Modélisation de l'erreur sur le champ magnétique due à l'effet de peau. Les résultats présentés sont obtenus par éléments finis dans un cylindre infini, où le champ magnétique est imposé en surface et orienté selon l'axe du cylindre. Pour évaluer le cas extrême, la perméabilité est considérée constante à $\mu_r = 800$, et la résistivité est faible, soit de $\rho_e = 27.5 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ (AISI 4340 à 25°C). Une excitation à un rythme de changement de 200 kA/(m·s) est utilisée pour obtenir le résultat dans cette figure.

champ magnétique au cours d'une mesure. Le lien entre le flux magnétique et la distribution de champ magnétique suit la méthode détaillée à la section 5.5.2.

Une mise en application du modèle est présentée à la figure 5.10. Les deux points choisis pour l'étude partagent une vitesse d'excitation similaire, 23 A/(m·s), mais ils ont une erreur très différente. La correction est grande autour du champ coercif et elle est petite à la saturation. L'amplitude du champ magnétique est bien différente, mais la forme du champ magnétique est quasi-identique. La variation de la correction provient de la forme de la courbe $B-H$, soit la réponse non linéaire de B . En effet, la variation $\partial B / \partial t$ moyenne n'est pas la même à ces deux points. La correction sur B , considérée comme une incertitude dans le cadre de ce travail, est définie par :

$$dB_\omega = \int_0^r B(\rho) dS - B_0 \cdot S . \quad (5.22)$$

Les limites de ce modèle proviennent des hypothèses considérées. Premièrement, la relation réelle entre B et H n'est pas linéaire et la non-uniformité de la magnétisation du matériau est moindre que celle considérée par l'abaque. L'hypothèse se rapproche de la réalité lorsque l'erreur est maximale. Deuxièmement, la forme du champ magnétique dans l'échantillon n'atteint pas un régime permanent tel que considéré par l'abaque. Pour améliorer le modèle, il

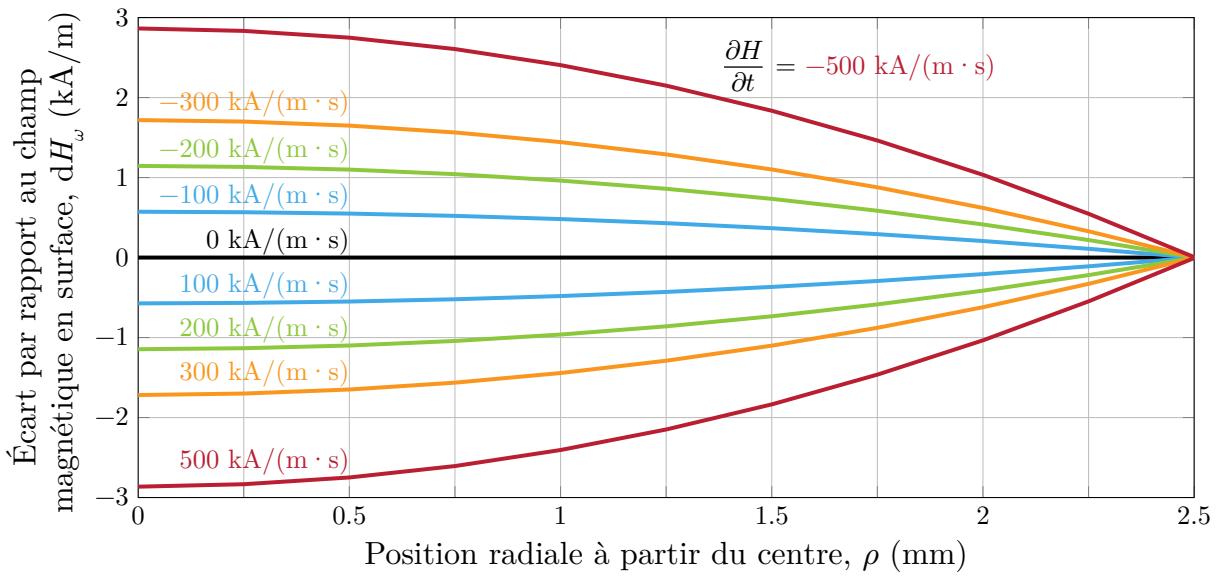


Figure 5.9 Modélisation de l'erreur sur le champ magnétique due à l'effet de peau. Les résultats présentés sont obtenus par éléments finis dans un cylindre infini, où le champ magnétique est imposé en surface et orienté selon l'axe du cylindre. Pour évaluer le cas extrême, la perméabilité est considérée constante à $\mu_r = 800$, et la résistivité est faible, soit à $\rho_e = 27.5 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ (AISI 4340 à 25°C). Une excitation de 16 kA/m à 2 Hz implique un rythme de changement maximal de 201 kA/(m·s).

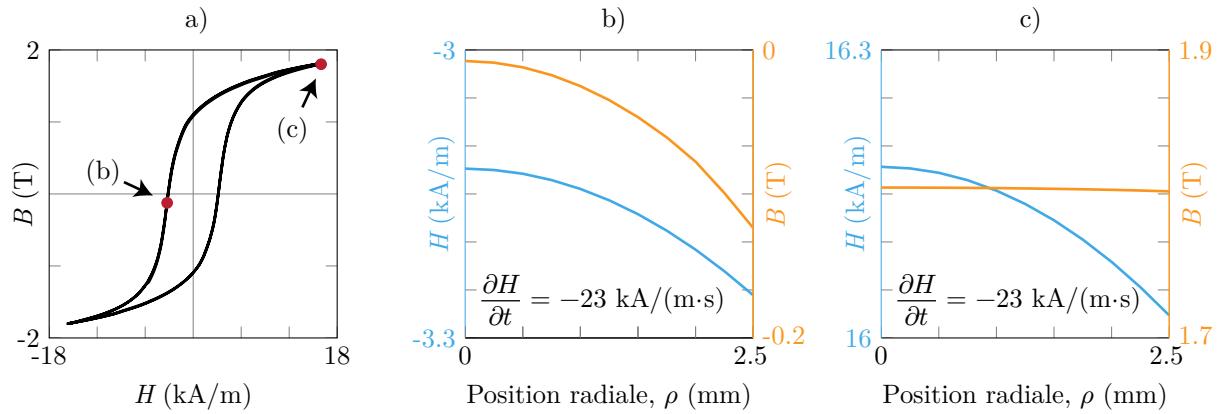


Figure 5.10 a) On étudie l'application du modèle pour deux points sur la courbe B - H . Ces deux points ont une vitesse d'excitation très similaire, mais la correction dB associée est soit b) grande à la coercivité ou c) petite à la saturation. Cette situation est possible, car la variation $\partial B / \partial t$, quant à elle, n'est pas la même à ces deux points.

faudrait considérer la vraie fonction de l'excitation en surface et son évolution dans le temps. Troisièmement, la résistivité joue un rôle important dans le calcul par éléments finis. Une mesure de la résistivité de l'échantillon en fonction de la température est nécessaire. Par ces trois limites, l'approche actuelle surévalue l'erreur en tout point de la courbe B - H .

5.7 Calibration paramagnétique

Pour s'affranchir d'une source d'erreur systématique, notamment la détermination du diamètre de la bobine de mesure, on peut calibrer l'échantillon par rapport à la perméabilité du vide. Les autres sources d'erreurs, i.e. le bruit sur l'acquisition, les fuites de courant et l'effet de peau, qui sont de nature aléatoire ou dépendante des propriétés intrinsèques du matériau, ne peuvent pas être compensées de la sorte. Puisque le matériau magnétique est inséparable de la préparation d'échantillon, il faut le mettre dans un état bien connu : saturé ou paramagnétique. De plus, il est montré au chapitre 6 que le montage proposé ne permet pas d'atteindre la saturation complète des échantillons étudiés. Par conséquent, il ne reste que l'option d'amener l'échantillon dans l'état paramagnétique en réalisant la calibration au-delà de la température de Curie, sachant qu'à ce point, seule la perméabilité du vide est en jeu.

La figure 5.11 montre une courbe d'hystérésis obtenue à 781°C. Le traitement de données est conforme à celui présenté à la section 3.4. À cette température élevée, l'erreur causée par les fuites de courant est considérable comparativement à l'amplitude de la réponse magnétique. Puisque V_2 et I ont une composante en phase, la courbe s'arrondit. On provoque son aplatissement en appliquant une correction de type

$$dB(t) = p \times V_1(t) . \quad (5.23)$$

Ceci prend l'hypothèse que le matériau, à cette température, présente une hystérésis négligeable. La pente de la courbe aplatie est de $1.60\mu_0$. La calibration implique une correction d_2 de 60%. On passe d'un diamètre de 7.33 mm à 4.58 mm.

La correction implique un diamètre impossible. Le modèle n'est pas assez élaboré pour être fiable. La valeur de cette correction dépend de d'autres sources d'erreurs. Un modèle fiable considérerait la variation de parcours magnétique et l'effet de peau dans la section pour une perméabilité μ_0 . Ceci implique de connaître la résistivité de l'échantillon à cette température. Étant donné que cette approche semble trop sensible aux autres sources d'erreur, elle n'a pas été utilisée dans ce mémoire.

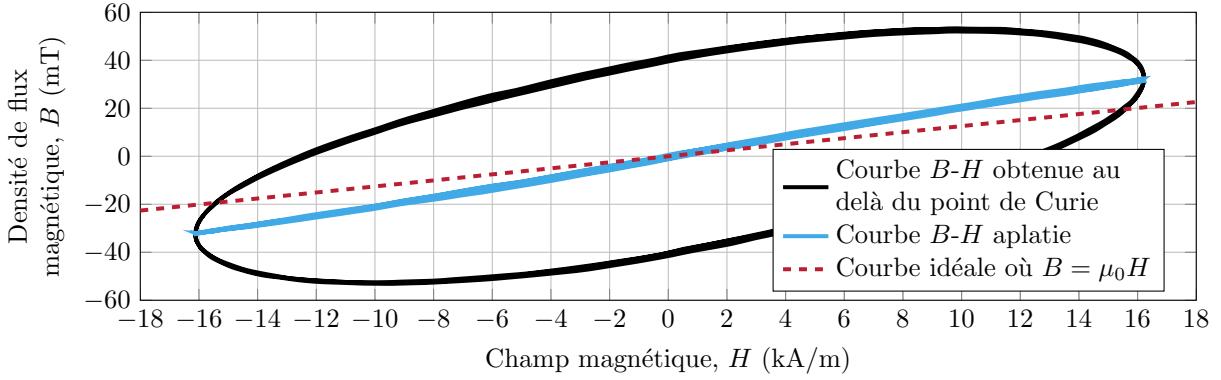


Figure 5.11 Une mesure de la courbe d'hystérésis à 781°C est grandement affectée par les fuites de courants dans la céramique. Une correction est appliquée jusqu'à ce que la courbe ne présente aucune hystérésis. La pente devrait tendre vers la valeur de la perméabilité magnétique du vide.

5.8 Récapitulation

Dans le cadre de ce mémoire, l'erreur évaluée n'a pas été corrigée. Ce choix a été fait pour garder un terme d'incertitude relié à chaque source d'erreur. La figure 5.12 compare toutes les incertitudes étudiées pour une courbe d'hystérésis mesurée. La valeur absolue des incertitudes est tracée sur une échelle logarithmique. Pour la courbe présentée, on définit une incertitude globale de 100 mT sur la densité de flux magnétique B .

L'incertitude dépend de la méthode de mesure, de la qualité de la fabrication du montage, du matériau magnétique étudié et de la géométrie de l'échantillon. Dans le processus d'amélioration de la méthode de mesure, un outil de comparaison des sources d'erreur est indispensable. Si l'objectif est de minimiser l'incertitude, un compromis doit être fait. En changeant un paramètre, une incertitude diminue alors qu'une autre augmente. Voici deux exemples concrets.

- L'augmentation du grand diamètre D de l'échantillon fait diminuer les incertitudes dB_V , dB_ρ , mais augmente dB_{fuite} .
- L'augmentation de la section S_0 de l'échantillon fait diminuer les incertitudes dB_{d_2} et dB_V , mais elle augmente les incertitudes dB_ω et dB_ρ . Son effet sur dB_{fuite} n'est pas évident, car deux comportements s'opposent : la réponse accrue de l'échantillon et la plus grande tension à la bobine d'excitation créent des fuites de courant additionnelles.

L'amélioration des modèles d'évaluation de l'erreur est essentielle afin d'orienter tout effort de perfectionnement du montage expérimental et de l'échantillon lui-même.

On ne considère pas les effets mécaniques de l'usinage (du toroïde à partir d'un matériau brute) comme une source d'erreur. Deux raisons expliquent ce choix. Premièrement, prouver

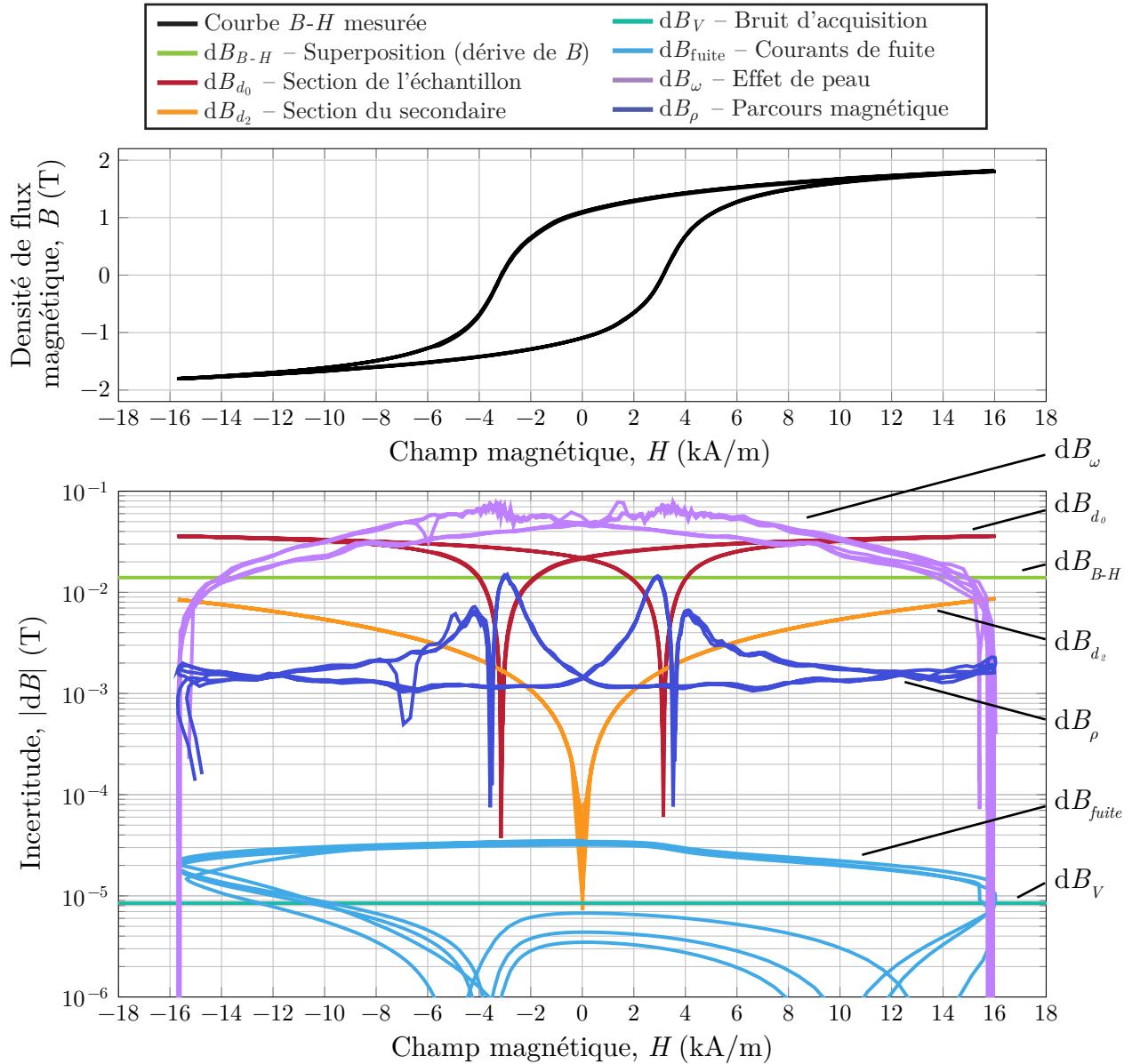


Figure 5.12 a) Courbe d'hystérésis mesurée expérimentalement de l'échantillon refroidi à l'air (présenté à la section 4.1). b) Les incertitudes étudiées sont comparée en valeurs absolues pour la courbe d'hystérésis en a). Les barres d'incertitude ne sont pas présentées en a), car elles seraient majoritairement cachées par l'épaisseur du trait de la courbe. Les modèles d'évaluation de l'erreur sont essentiels afin d'orienter tout effort de perfectionnement du montage expérimental et de l'échantillon lui-même.

cette hypothèse dépasse la portée de ce travail. Deuxièmement, on pose l'hypothèse que la taille de l'échantillon, notamment le ratio du volume sur la surface, est suffisamment grande pour négliger l'impact de l'usinage sur les propriétés magnétiques de l'échantillon en entier.

CHAPITRE 6 AMÉLIORATIONS DE LA MÉTHODE

Dans ce chapitre, on suggère les prochaines modifications au montage ou à l'analyse de données qui permettraient d'améliorer, sur plusieurs facettes, la mesure des propriétés magnétiques en fonction de la température. La contrainte de temps est la raison principale pour expliquer que ces recommandations ne font pas encore partie du montage. Les éléments présentés dans ce chapitre ne forment pas une liste exhaustive des travaux futurs sur le montage. Un certain tri est fait pour proposer les modifications qui auront le plus d'impacts dans le court terme.

On divise les recommandations en trois catégories. D'abord, en présentant les modifications à la méthodologie expérimentale, on rassemble des éléments de savoir-faire et des idées relativement à l'orientation des prochaines étapes du projet. Un deuxième point important consiste en des recommandations pour accélérer l'analyse thermomagnétique. En dernier lieu, on ordonne les modifications suggérées pour réduire l'incertitude sur la mesure.

6.1 Méthodologie expérimentale

6.1.1 Augmentation de l'uniformité et de la reproductibilité

Plusieurs analyses dans ce travail montrent que l'utilisation de montages ou d'outils simples peut augmenter significativement la qualité des enroulements et la vitesse de préparation. On suggère fortement la fabrication d'une machine à enroulement, un montage à suspension et vibration d'échantillon, ainsi que la préfabrication de moules en céramique adaptée à de hautes températures. Le contrôle accru de la section des bobines et de la distribution des spires augmenterait directement la précision des mesures. La combinaison de ces trois techniques de fabrication réduirait le temps total de préparation, actuellement de quatre jours, à environ 24 heures. Le temps de main d'oeuvre serait réduit à une ou deux heures au lieu de 12 heures, tel qu'avec la méthode de prototypage actuelle.

Une machine d'enroulement appropriée pour nos besoins peut être conçue simplement et à faible coût. Les modèles commerciaux favorisent couramment la vitesse ou la force pour manipuler du fil de gros calibre, alors qu'aucun de ces deux paramètres n'est exploité dans notre préparation d'échantillon. Dans ce travail, une machine uniformiserait les spires et permettrait de mieux contrôler la force appliquée sur le fil, ce qui éviterait de briser des fils fragiles de faible diamètre ($100 \mu\text{m}$). La figure 6.1 illustre une approche possible. Les pièces pourraient être en plastique et être fabriquées par impression 3D. En utilisant un

moteur à vitesse variable pour actionner la roue d'entraînement, on contrôlerait la densité d'enroulement d'une application à l'autre.

L'application de céramique peut se faire par couches directement sur l'échantillon ou par l'encastrement de l'échantillon dans un moule. Les moules peuvent être conçus rapidement par impression 3D. Ceux-ci seraient faits sur mesure pour assurer le diamètre nécessaire à chacune des étapes de la préparation. Un agent lubrifiant est nécessaire pour permettre la séparation de la pièce et du moule. Un montage tel qu'à la figure 6.2 permettrait de suspendre l'échantillon dans la céramique encore liquide pour bien centrer l'échantillon à l'intérieur de la géométrie finale. La couche de céramique se ferait en deux parties, soit d'abord la moitié du bas, puis celle du haut de l'anneau. Une légère vibration du moule ou des enroulements dans la céramique liquide améliorerait la qualité de l'isolation en favorisant la dispersion du mélange dans tous les interstices et l'évacuation des bulles d'air. Ce montage aurait l'avantage de raccourcir le processus de préparation d'échantillon et d'obtenir un résultat de meilleure qualité. Trois étapes seraient requises au lieu de l'application de 4 à 6 couches.

Un bon agent démolant reste à déterminer. Il permettrait d'utiliser directement le moule en plastique. Si la céramique adhère trop au plastique, le moule peut être fait en un matériel jetable. À noter que la cire (paraffine) tend à être absorbée par les porosités de la céramique, ce qui en fait un choix non-idéal de matériau pour le moule. Dans ce cas-ci, l'image inverse du moule serait fabriquée en plastique et la création des moules à usage unique impliquerait plusieurs étapes supplémentaires.

6.1.2 Contrôle de la vitesse de magnétisation à température élevée

Pour que l'analyse thermomagnétique fournisse des données acceptables, le contrôle de la vitesse de magnétisation doit se faire à haute température de la même façon qu'elle se fait en ce moment à la température ambiante. Dans la version actuelle du projet, le processus itératif de la section 3.2.3 est seulement implanté à la température ambiante et il nécessite une intervention manuelle qui est laborieuse. Puisque l'analyse thermomagnétique nécessite une rapidité de mesure accrue, l'intervention manuelle n'est pas appliquée en cours de chauffe, et le contrôle de la magnétisation est absent des mesures. L'automatisation d'un procédé itératif rapide pour le contrôle de la magnétisation est une étape essentielle et facile à implémenter.

6.1.3 Effets dynamiques microscopiques du processus de magnétisation

Dans l'analyse actuelle des mesures magnétiques, les courants de Foucault produits à l'échelle microscopique n'ont pas été considérés. Ceux-ci proviennent des mouvements saccadés des

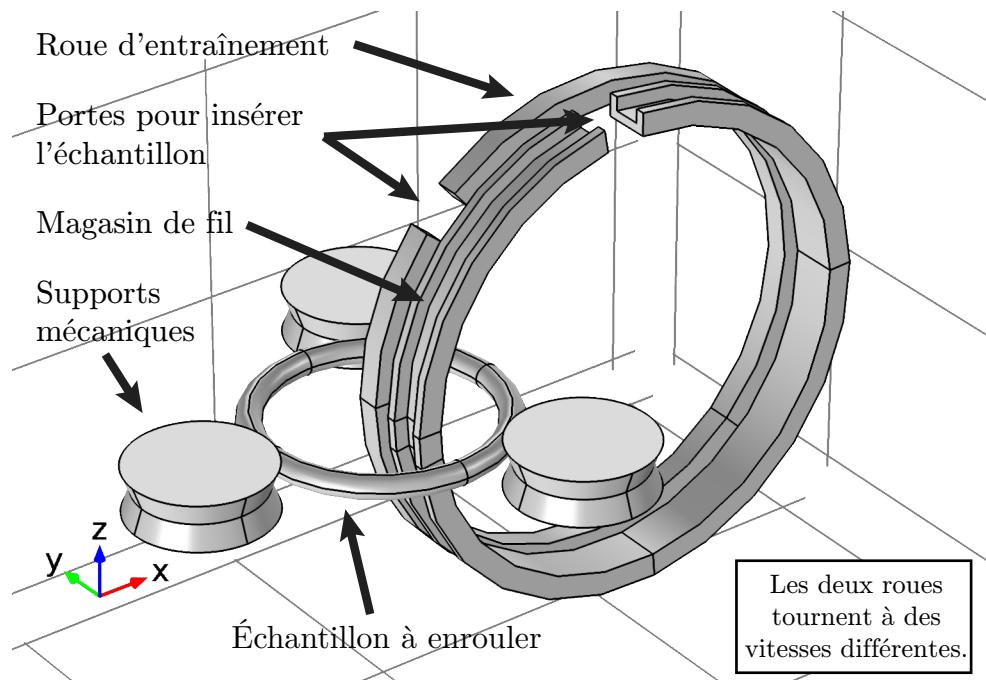


Figure 6.1 Fonctionnement schématisé d'une machine à enroulement pour des échantillons fermés de forme toroïdale.

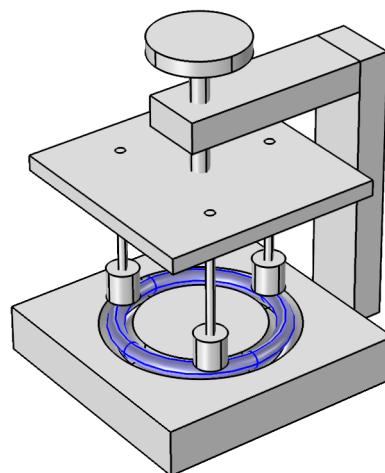


Figure 6.2 Schéma du montage proposé pour placer adéquatement un échantillon dans un moule.

parois magnétiques, communément appelés les sauts de Barkhausen. Le champ magnétique inverse créé lors de cette dynamique de magnétisation forme un écrantage local du champ d'excitation. De plus, la vitesse d'application du champ d'excitation influence l'amplitude de ces effets microscopique, même à très basse fréquence. Wulf et al. (2000) calculent une différence de puissance par cycle (P_v/f) de 5% entre des mesures de type dynamique à 0.1 Hz ($\partial B/\partial t$ contrôlé) et des mesures de type balistique (DC) dans des laminations d'acier, où la magnétisation se fait uniformément dans le volume. Dans nos travaux, un effort est fait pour réduire la vitesse de magnétisation et ainsi limiter l'impact des courants de Foucault à l'échelle macro- et microscopique. Le champ magnétique considéré pour la relation B - H mesurée est tout de même biaisé : on surévalue la valeur du champ coercitif.

Wulf et al. (2000) formulent une extrapolation pour obtenir une courbe d'hystérésis indépendante de la fréquence. Cette approche nécessite des mesures à deux fréquences différentes. De plus, leurs travaux considèrent un champ magnétique d'excitation parfaitement uniforme, tel qu'il en est question dans les laminations d'acier. La réalité des échantillons massifs, où l'effet de peau est difficilement négligeable, implique un travail supplémentaire et novateur pour adapter cette approche à une situation avec une distribution de champ magnétique non-uniforme sur la section.

6.1.4 Réduction des contraintes par dilatation thermique

La différence de coefficient de dilatation thermique entre l'isolation électrique, le conducteur et l'échantillon produit des contraintes sur l'échantillon à haute température. L'importance de réduire ces contraintes appliquées sur l'échantillon a été abordée. Dans notre cas, le coefficient de la céramique, ainsi que celui du cuivre, ne sont pas assez proches de celui de l'acier étudié. L'utilisation des moules non contraignants du volume de l'échantillon, tel que suggérée par A773/A773M - 14 (2014), est une solution nécessaire. Ces moules peuvent être préfabriqués en céramique haute température ayant un coefficient de dilatation similaire à celui de l'acier. L'analyse qui en découle serait améliorée, car elle considérerait une magnétisation massique ($A \cdot m^2/kg$) indépendante de la variation de volume avec la température.

6.1.5 Comparaison de résultats

La validation ultime d'une méthode de mesure magnétique se fait par la comparaison d'une série de résultats, telle que dans les travaux de Strnat et al. (2007). Une multitude de matériaux sont mesurés dans un laboratoire reconnu par un organisme de métrologie et d'étaillonage en guise de résultats de référence. Vu l'importance de l'usinage et de la conservation de l'intégrité de l'échantillon, les laboratoires se partagent le même matériau brut, mais les

échantillons doivent être distincts. Les techniques d’usinage, propres à chaque laboratoire, font partie intégrante de leur méthode et elles doivent être justifiées dans la comparaison des résultats.

Pour enrichir la discussion, la comparaison des résultats peut se faire à plusieurs étapes de la méthode. Le laboratoire de référence fournit un matériau brut, un échantillon en forme d’anneau qui a été mesuré, puis un échantillon bobiné avec des enroulements caractérisés. On compare ainsi la méthode à partir de l’usinage, de la préparation d’échantillon, et de la mesure magnétique.

Le travail présenté se veut innovant en terme de mesures magnétiques à très haute température pour une configuration à deux bobines. Si la collaboration avec un organisme de métrologie reconnu ayant un montage similaire était impossible, la comparaison pourrait se faire indirectement, c'est-à-dire en comparant les résultats de deux méthodes différentes. Les conditions expérimentales doivent être choisies de telle sorte que les nuances dans les méthodes n'affectent pas les résultats. La méthode du VSM est un bon exemple. Elle est répandue et l'ajout d'un four pour étudier la température de Curie est courant. On peut identifier une méthodologie, à la température ambiante, où les résultats ne sont pas affectés par la géométrie et l'usinage différents, propres à chaque méthode. Cette équivalence doit aussi être valable pour des méthodes de chauffe différentes. Pour certains aciers, un usinage perturbateur est réversible par recuit. Cet échantillon entièrement recuit est peu sensible à la durée de la chauffe lors de l'analyse thermomagnétique sous la température d'austénitisation. Ce point est important, car l'étude en température au VSM est plus longue d'au moins un ordre de grandeur qu'avec la méthode développée dans ce mémoire. Il est donc tout à fait réaliste d'imaginer un protocole pour garantir la validité de l'analyse thermomagnétique en comparant deux méthodes différentes.

6.2 Accélération de l'analyse thermomagnétique

Pour conserver davantage l'intégrité des propriétés magnétiques initiales de l'échantillon, il est impératif de réduire le couple température-temps. D'une part on peut réduire la durée des mesures magnétiques et, d'autre part, la chauffe doit être accélérée. Un objectif raisonnable, pour l'instant, est de réduire la durée totale de l'analyse de 20 minutes à 5 minutes. On doit conserver une vingtaine de mesures magnétiques au minimum.

6.2.1 Automatisation du contrôle de la magnétisation

Le développement d'un contrôle actif de la vitesse de magnétisation est une alternative rapide au processus itératif de la section 6.1.2. Le contrôle de la vitesse de magnétisation est essentiel pour limiter l'incertitude reliée aux effets de la fréquence. Le montage actuel permet l'implémentation d'une rétroaction numérique à 1000 Hz sur le courant d'excitation. Les difficultés à surmonter impliquent la nature fortement non-linéaire de l'inductance en fonction de l'amplitude du champ et de la fréquence. En comparaison avec le système actuel itératif, le contrôle actif (i.e. asservissement du flux) pourrait économiser entre 2 et 10 secondes par mesure magnétique, soit de l'ordre de deux minutes sur le temps total.

6.2.2 Meilleur contrôle de la puissance de chauffe

Le montage de chauffe actuel maximise le courant total ainsi que la tension (par le choix de la fréquence) selon les limitations de l'amplificateur et du fil de cuivre à la bobine d'excitation. Sans pouvoir modifier le poids ni l'architecture de l'échantillon, une augmentation de la puissance de chauffe doit se faire par une deuxième source de puissance. Cependant, la puissance est réduite à haute température pour éviter de faire fondre la bobine d'excitation. Un meilleur contrôle de la puissance, par une meilleure connaissance de la température instantanée de l'élément chauffant, permettrait d'augmenter la puissance transmise à haute température.

Un échantillon typique, avec deux bobines isolées par céramique, nécessite entre 15 J et 40 J pour augmenter sa température de 1°C autour de 25°C. L'augmentation de la chaleur spécifique entre 25°C et 890°C est de l'ordre de 15% et 10% pour le cuivre et le tungstène, respectivement (White and Collocott, 1964). Simplifions l'analyse en prenant une valeur indépendante de la température de 40 J/°C sur l'ensemble de l'échantillon bobiné. Une puissance transmise de 285 W, en négligeant les pertes de chaleur vers l'environnement, est nécessaire si on prévoit fournir 34 kJ pour éléver la température de l'échantillon bobiné jusqu'à 850°C au cours de 2 minutes de chauffe.

Il est difficile de mettre en contexte cette valeur de puissance transmise, car nous n'avons pas d'information sur la puissance active lors d'une chauffe. Le système de mesure est déconnecté de l'échantillon pour protéger la carte d'acquisition. De plus, la puissance active est fortement dépendante de la température instantanée de la bobine d'excitation, de la fréquence d'excitation ainsi que des propriétés magnétiques et électriques de l'échantillon à la température donnée. Avec le montage actuel, une vitesse de chauffe de 10°C/s est atteignable, mais on choisit de réduire la puissance à haute température par mesure de sécurité. Il est donc néces-

saire, dans l'avenir du projet, de caractériser la puissance thermique transmise à l'échantillon en fonction de la température. Ultimement, on doit pouvoir optimiser la chauffe, sans risquer d'endommager la bobine, quel que soit l'échantillon à l'étude. Le moyen d'y arriver passe par l'ajout d'instrumentation appropriée, ce qui n'est pas un grand défi.

6.3 Diminution de l'incertitude

6.3.1 Réduction des effets de courants de Foucault

L'incertitude dominante, propre aux conditions choisies et à l'échantillon, est reliée à l'hypothèse d'un champ magnétique uniforme dans la section malgré le processus dynamique à 2 Hz de la magnétisation. Pour tendre vers cette hypothèse désirée, on peut employer une fréquence plus basse. Une limite inférieure est atteinte lorsque d'autres incertitudes, inversément proportionnelles à la fréquence, dépassent celle-ci. Une fréquence trop basse peut entraver l'objectif d'accélérer l'analyse thermomagnétique. Ainsi, on prévoit une autre méthode pour réduire l'erreur due à l'effet de peau. La déconvolution de la densité de flux magnétique en fonction de la distribution du champ magnétique permet de corriger l'erreur commise par l'emploi d'une fréquence plus élevée. Une analyse approfondie et l'élaboration de ce modèle, en continuité à ce qui est effectué dans ce travail, doivent être faites pour en justifier l'implémentation.

6.3.2 Réduction du bruit de mesure

Certaines modifications peuvent réduire davantage le bruit de mesure. Bien que l'incertitude associée à cette source d'erreur n'est pas dominante, leur simplicité d'implémentation rend leur recommandation inévitable. On présente trois points concis qui nécessitent peu d'explications :

- Mesurer le courant avec un shunt,
- Rendre le montage plus compact et l'opérer dans un environnement moins bruité,
- Utiliser des fils bien torsadés, plus courts et isolés avec une gaine connectée à la masse.

L'amélioration de la mesure des tensions réduira davantage le bruit de mesure et potentiellement la dérive de la mesure de la densité de flux magnétique.

6.3.3 Correction des courants de fuite

Les fuites de courant créent une erreur proportionnelle à la tension aux bornes du primaire. Lorsqu'elle est intégrée, elle cause une incertitude maximale à la fin d'une demi-période.

Cette source d'erreur requiert de l'attention, car elle augmente avec le grand diamètre D de l'échantillon, le diamètre de la bobine d'excitation d_1 , l'amplitude du champ magnétique, et la réduction de la fréquence. Ce sont quatre paramètres qui méritent d'être améliorés. Trois approches sont intéressantes pour minimiser l'impact des courants de fuite.

Calibration en début de chaque mesure magnétique

Une mesure des courants de fuite au début de chaque mesure magnétique est suffisante pour en soustraire l'erreur numériquement. La mesure est faite lorsque le courant est constant et la magnétisation est stable. Ainsi, aucune tension à la bobine de mesure ne proviendrait de l'induction magnétique et les courants de fuite seraient mesurés. Par l'intermédiaire d'une interpolation, on détermine l'amplitude des courants de fuite à chaque instant d'un cycle dans lequel on connaît la tension aux bornes de la bobine d'excitation. Le temps supplémentaire ajouté par une mesure magnétique est l'inconvénient de cette approche, et il la rend impraticable pour l'analyse thermomagnétique. Pour l'analyse à la température ambiante, elle constitue une approche viable et simple.

Modélisation élaborée des courants de fuite

Le circuit équivalent qui modélise les courants de fuite dans l'évaluation de l'erreur (référence à la section 5.4) est prometteur. Une calibration à température ambiante servirait à définir, plus précisément, quelques paramètres du modèle, tels que la distance moyenne inter-enroulements moyenne et la résistivité initiale de la céramique. Il serait intéressant d'ajouter le comportement capacitif et inductif au circuit équivalent. Avec l'information de température et de tension au primaire, le calcul se ferait après les mesures, et il ne ralentirait pas l'analyse thermomagnétique.

CHAPITRE 7 CONCLUSION

7.1 Synthèse des travaux

Au cours de ce travail de maîtrise, j'ai mis au point une méthodologie de mesures des propriétés magnétiques de matériaux magnétiquement «doux». L'étude jusqu'à la température de Curie, soit une analyse thermomagnétique complète, a été réussie. Dans la méthode développée, l'analyse recueille une cinquantaine de courbes d'hystérésis distribuées entre 20°C et 850°C en moins de 30 minutes. Le temps de chauffe est court pour réduire les transformations de la microstructure de l'acier à haute température. Malgré ceci, l'intégrité des propriétés magnétiques n'est toutefois pas assurée, car le temps nécessaire pour chauffer et étudier l'échantillon peut être suffisant pour altérer la microstructure. Un travail futur est nécessaire pour valider ce point. La méthode est tout de même mise en application pour trois états de microstructure de l'acier AISI 4340. On montre la courbe d'hystérésis majeure à température ambiante et l'analyse thermomagnétique jusqu'à 850°C. Cette analyse vient avec un regard critique sur les sources d'erreur pour déterminer une incertitude raisonnable. En général, les objectifs sont atteints et le projet est un succès. Cette section synthétise les éléments clés du projet : le développement de la méthode, sa mise en application, l'analyse de son erreur et un sommaire des prochaines étapes du projet.

Montage et Programmation

L'approche quasistatique à deux bobines est choisie en considérant les recommandations de la norme A773/A773M - 14 (2014). L'adaptation de cette méthode pour en faire une analyse thermomagnétique rapide est le principal défi surmonté. Dans ce montage, la chauffe de l'échantillon est étroitement liée aux mesures magnétiques, car le système de chauffage partage la bobine d'excitation et l'amplificateur du système de mesure magnétique. Une excitation à 3 kHz permet une chauffe inductive dans le volume de l'échantillon et une plus grande dissipation de puissance résistive dans la bobine d'excitation. L'alternance entre les pulses de chauffe et les mesures magnétiques est gérée par un programme Labview en temps réel (500 Hz à 1 kHz). Cette architecture du montage est conçue pour permettre le développement futur d'un contrôle actif (asservissement) du taux de variation de la densité de flux magnétique. Actuellement, un inconvénient est le contrôle itératif manuel de ce taux de variation.

Échantillon : géométrie et préparation

Des échantillons fermés, de forme toroïdale ($D = 45$ mm et $d_0 = 5$ mm – cf. fig. 3.9), sont utilisés. Pour y arriver, des bobines pouvant opérer à 900°C sont essentielles. Pour assurer l’isolation électrique des enroulements, une approche d’encastrement des enroulements dans une matrice de céramique est développée.

Dans ce projet, la préparation d’échantillon s’est faite en sept couches successives de céramiques et de bobines. On propose l’emploi d’une machine à enrouler, d’un support à échantillon avec vibrations et de moules préfabriqués pour accélérer le processus et améliorer l’uniformité des résultats. Cependant, à haute température, la résistivité de la céramique diminue et elle n’est pas suffisante pour éviter tout impact des fuites de courant inter-enroulements. Des modèles de circuits équivalents ont été élaborés pour évaluer cette source d’erreur en fonction de la tension à la bobine d’excitation, ce qui a permis de choisir une épaisseur suffisante de céramique entre les deux enroulements.

Mesures magnétiques et analyse

Les mesures magnétiques effectuées dans ce travail sollicitent la courbe d’hystérésis majeure par un champ excitation de 16 kA/m. Les mesures à température ambiante impliquent une densité de flux magnétique sinusoïdale à 2 Hz. L’analyse thermomagnétique emploie un champ magnétique sinusoïdal à 2 Hz. Les résultats d’une mesure magnétique incluent quatre corrections :

1. Un filtre passe-bas à 50 Hz est appliqué numériquement au champ magnétique ;
2. La dérive de B est corrigée pour que la valeur de B , à fort champ, soit la même suite à un cycle complet ;
3. Le diamètre de la bobine de mesure est déterminé par traitement d’image, et les «mesures» de ce diamètre sont corrigées pour empêcher des diamètres inférieurs à celui de l’échantillon. Cette étape ne fait pas partie du processus normal de la méthode ;
4. La courbe est recentrée selon B .

Puis, sept sources d’incertitude ont été identifiées :

1. La superposition (écart maximal dans la superposition des courbes B - H pour corriger la dérive de B . Si la saturation négative a été utilisée comme référence pour la correction, on évalue l’erreur restante à l’extrémité positive.)
2. La section de l’échantillon (écart-type d’une trentaine de mesures le long du périmètre)
3. La section de la bobine de mesure (le diamètre de la bobine de mesure)
4. Le bruit d’acquisition (amplitude RMS mesurée lors d’une commande nulle à la carte)

5. Les courants de fuite (modèle de circuit équivalent avec les propriétés électriques prises à 750°C)
6. L'effet de peau (l'erreur sur B lorsqu'on considère la courbe B - H et le maximum de non-uniformité)
7. Le parcours magnétique (l'erreur sur B lorsque l'on considère la courbe B - H et la non-uniformité du champ magnétique calculé)

L'incertitude, pour l'échantillon refroidi au four, est de ± 60 mT (5%) autour de la densité de flux rémanente et 45 mT (2.5%) à 16 kA/m, soit près de la saturation.

Chauffe et transformations au cours de l'analyse

La méthode a été employée pour étudier l'acier AISI 4340 avec trois traitements thermiques différents, soit trois états différents de microstructure. On présente leurs courbes d'hystéresis et l'analyse thermomagnétique en guise de mise en application. Pour l'état original de l'acier AISI 4340, à la température ambiante, on mesure une densité de flux magnétique (B_{sat}) de 1.8 T à 16 kA/m, une densité de flux magnétique rémanente (B_r) de 1.4 T, un champ coercitif (H_c) de 1.7 kA/m, une perméabilité magnétique maximale ($\mu_0\mu_{r|d}|_{max}$) de $1400\mu_0$ et des pertes par hystéresis par cycle (W_h) de 1.30 J/kg. Par un traitement thermique additionnel, la courbe B - H de ce matériau a tendance à perdre de la rémanence et à s'élargir. Cependant, l'état refroidi lentement au four atteint des valeurs supérieures de magnétisation à fort champ. Les informations relatées permettent de modéliser la courbe d'hystéresis pour une application en simulation et d'en analyser, dans une itération future, l'évolution en fonction des changements microstructuraux.

Lors de l'analyse thermomagnétique, chacun de ces quatre paramètres est identifié en fonction de la température. L'utilité des mesures est d'éliminer le besoin d'extrapoler les propriétés magnétiques en fonction de la température dans une simulation. Quant à la qualité des résultats expérimentaux, la courbe de l'état refroidi au four et celle de l'état refroidi à l'air semble se joindre à 450°C, soit cinq à sept minutes après le début de l'analyse. Sans pouvoir conclure sur ce point, cette observation justifie la question suivante : l'analyse thermomagnétique est-elle suffisamment rapide pour éviter les transformations microstructurales au cours des manipulations ?

L'étude de l'intégrité des propriétés de l'échantillon, l'analyse à très haute température et l'intérêt de mettre sur pied un banc d'essai polyvalent justifie l'étude d'une technique de mesure magnétique qui est connue et répandue dans la communauté scientifique.

7.2 Limites de la méthode

La conclusion de l'analyse d'erreur est que la méthode développée conduit à une incertitude absolue de l'ordre de 40 à 80 mT sur B , qui peut être réduite en perfectionnant le montage et les dimensions de l'échantillon. Cette analyse d'erreur est un indicateur des limites de la méthode actuelle pour mesurer les propriétés magnétiques d'un échantillon, car on peut y déterminer la source d'erreur dominante. À basse amplitude de champ (<8 kA/m) l'erreur est dominée par l'effet de peau dans la section de l'échantillon. À plus fort champ (>8 kA/m), l'incertitude sur la section de l'échantillon domine l'incertitude sur la densité de flux magnétique. Curieusement, ces deux sources d'incertitude s'opposent directement, i.e. l'incertitude sur le diamètre de l'échantillon est réduite pour un échantillon plus volumique, mais ceci a pour effet d'augmenter l'effet de peau. La solution est de réduire la vitesse de magnétisation et d'accepter l'augmentation du temps total de mesure, mais il est difficile d'accepter un rythme de magnétique plus bas que 1 Hz. Ainsi, la réduction supplémentaire de l'incertitude doit être obtenue par la modification de la méthode d'analyse. Certaines sources d'erreur actuelles, telles que le rythme d'excitation trop élevé par rapport à des mesures quasi-statiques, doivent être modélisées et considérées dans les hypothèses du traitement de données.

Une deuxième lacune importante de la méthode actuelle est la négligence des pertes excédentaires. L'initiative de réduire la fréquence d'excitation limite tout de même l'impact de ce phénomène (Bertotti, 1998). On s'inspire des mesures de Wulf et al. (2000) pour croire que l'amplitude d'une telle erreur serait de moins de 5% dans ce travail, malgré les différences entre les conditions expérimentales utilisées.

En troisième lieu, l'analyse thermomagnétique présentée n'emploie pas un rythme de magnétisation contrôlé, ce qui constitue une lacune indéniable de la méthode actuelle. Cet aspect figure notamment parmi les premières modifications prévues dans une prochaine itération du projet. Or, les résultats présentés dans la mise en application de l'analyse thermomagnétique (section 4.3), contrairement aux courbes à la température ambiante (section 4.2), incluent une erreur considérable. L'absence du contrôle de la magnétisation équivaut à une fréquence d'excitation accrue. La propriété magnétique principalement affectée est le champ magnétique coercitif. Bref, toutes comparaisons aux résultats présentés dans ce travail doivent être bien nuancées, car les études en température du champ magnétique coercitif, de la perméabilité maximale et des pertes par hystérésis ne sont pas aussi fiables que les résultats en terme de densité de flux magnétique à 16 kA/m et de densité de flux rémanente. Elles devraient plutôt étudier l'évolution en température de la densité de flux magnétique à 16 kA/m ou de la densité de flux rémanente par rapport au champ magnétique coercitif, à la perméabilité maximale et aux pertes par hystérésis.

7.3 Autres répercussions du montage

7.3.1 Stabilité thermique des propriétés magnétiques

Une question persiste à la fin de ce travail de maîtrise, soit la détermination de la durée maximale d'une analyse thermomagnétique avant d'altérer les propriétés du matériau à l'étude. Ce thème est abordé à la section 6 et la solution proposée est d'accélérer la chauffe ainsi que les mesures magnétiques pour que l'analyse soit terminée en moins de cinq minutes. L'idéal serait une étude d'une durée similaire à l'application pour laquelle les mesures sont prises. Dans le cas du chauffage par induction, des rythmes de chauffe de $1000^{\circ}\text{C}/\text{s}$ sont atteignables, ce qui est bien sûr impensable pour une caractérisation. En guise de compromis, on chaufferait rapidement l'échantillon à la température d'étude, puis on évalueraient les propriétés magnétiques, i.e. la courbe d'hystérésis majeure, lors des changements au niveau de la microstructure. L'étude se ferait à température constante sur une plage de quelques heures. Ainsi, ce montage permettrait d'évaluer l'évolution des propriétés magnétiques pour une température constante, et surtout, de déterminer la fenêtre temporelle acceptable pour réaliser l'analyse thermomagnétique complète.

7.3.2 Mesure de pertes excédentaires

Le concept de pertes excédentaires et le modèle de pertes statistiques de Bertotti, brièvement abordés aux sections 2.1.2 et 2.3 respectivement, sont essentiels à la prédiction de puissance lors d'une chauffe par induction. Le travail effectué dans cette maîtrise offre des courbes d'hystérésis dites intrinsèques pour le problème d'identification des modèles d'hystérésis. Malgré toute la richesse des modèles modernes d'hystérésis, on ne simule pas les pertes excédentaires avec comme seule information les courbes B - H intrinsèques.

Pour remédier à ce problème, on propose la méthodologie suivante, qui mesure l'amplitude des pertes excédentaires avec le montage actuel. Cette approche requiert une simulation rigoureuse du processus de magnétisation, d'un point de vue macroscopique, dans une géométrie équivalente à celle de l'échantillon. La première étape proposée consiste à valider cette simulation à très basse fréquence. La validation est obtenue en comparant les pertes totales simulées à la puissance active mesurée expérimentalement. La très basse fréquence est essentielle pour pouvoir négliger les pertes excédentaires. En deuxième lieu, l'objectif est d'isoler les pertes excédentaires au sein des pertes totales mesurées pour de multiples fréquences. On produit un graphique traçant les pertes excédentaires par cycle en fonction du $\partial B / \partial t$ (Wulf et al., 2000). Ces données, soit une nouveauté en terme d'étude de matériaux massifs, permettraient d'obtenir les mesures expérimentales nécessaires à un modèle de pertes statistiques

de Bertotti.

Si ce montage était adapté pour mesurer les pertes excédentaires, il serait simultanément apte à mesurer leur dépendance en température. On peut prévoir que l'évolution de la résistivité influence les pertes excédentaires à haute température, soit une relation à mesurer expérimentalement. Il aussi intéressant d'investiguer si un facteur additionnel, lié à la température, influence les sauts de Brakhausen en fonction de la vitesse de magnétisation.

7.3.3 Développement de bobines adaptées aux hautes températures

Le développement d'une expertise en bobines adaptées aux hautes températures promet des innovations intéressantes. La conception et la manipulation de ces bobines contribuent à fabriquer des électroaimants spécialisés qui nécessitent un fonctionnement à hautes températures. Il existe des produits similaires disponibles commercialement, mais leur coût initial est couramment prohibitif. Ce projet met en application une alternative avec succès via l'isolation de conducteurs ordinaires avec une céramique. Il y a un intérêt indéniable à mettre à profit ce savoir-faire dans une multitude d'applications. D'une part, il y a un intérêt dans les applications où les conditions sont similaires à celle de ce mémoire, soit un fonctionnement continu à une température élevée. D'autre part, le domaine des champs pulsés peut facilement bénéficier de la limite en température accrue.

RÉFÉRENCES

- [1] A773/A773M - 14, “Standard test method for direct current magnetic properties of low coercivity magnetic materials using hysteresographs”, *ASTM int'l Standard*, 2014.
- [2] A977/A977M - 02, “Standard test method for magnetic properties of high-coercivity permanent magnet materials using hysteresographs”, *ASTM int'l Standard*, 2002.
- [3] G. Bertotti, *Hysteresis in Magnetism*, série Electromagnetism, I. Mayergoyz, éd. Elsevier, 1998.
- [4] C. Brooks, *Principles of the Heat Treatment of Plain Carbon and Low Alloy Steels*. ASM international, 1996.
- [5] B. D. Cullity et C. D. Graham, *Introduction to Magnetic Materials*, 2e éd., I. press, éd. Wiley, 2009.
- [6] M. A. da Cunha et S. C. Paolinelli, “Effect of the annealing temperature on the structure and magnetic properties of 2% Si steel”, *Materials Research*, vol. 5, no. 3, pp. 373–378, 2002.
- [7] F. Fiorillo, *Measurements and Characterization of Magnetic Materials*, série Electromagnetism, I. Mayergoyz, éd. Elsevier, 2004.
- [8] I. Fuse et A. Ametani, “Approximate methode for calculating the impedances of multiconductors with cross sections of arbitrary shapes”, *Electrical Engineering in Japan*, vol. 111, no. 2, 1992.
- [9] A. Jacot, “Modélisation des transformations de phase à l'état solide dans les aciers et application au traitement thermique par induction”, Thèse de doctorat, EPFL, 1997.
- [10] Lake Shore Cryotronics, Inc., “7400 series vibrating sample magnetometers”. En ligne : <http://www.lakeshore.com/Documents/VSMCatalog.pdf>
- [11] R. M. Strnat, M. J. Hall, et M. S. Masteller, “Precision and accuracy study on measurement of soft magnetic properties using dc hysteresographs”, *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 43, no. 5, pp. 1884–1887, May 2007.
- [12] S. S. M. Tavares, J. R. Teodósio, J. M. Neto, et M. R. D. Silva, “Magnetic properties and thermomagnetic analysis of a Fe-20Mo-5Ni-0.075C alloy”, *Journal of Materials Science*,

vol. 34, pp. 4545–4550, 1999.

- [13] G. White et S. J. Collocott, “Heat capacity of reference materials : Cu and w”, *J. Phys. Chem. Ref. Data*, vol. 13, no. 4, pp. 1251–1257, 1964.
- [14] C.-J. Wu, S.-Y. Lin, S.-C. Chou, C.-Y. Tsai, et J.-Y. Yen, “Temperature effects on the magnetic properties of silicon-steel sheets using standardized toroidal frame”, *The Scientific World Journal*, 2014.
- [15] M. D. Wulf, L. Dupré, et J. Melkebeek, “Quasistatic measurements for hysteresis modeling, journal of applied physics”, *Journal of Applied Physics*, vol. 87, no. 9, pp. 5239–5241, 2000.

ANNEXE A CHOIX DE LA MÉTHODE DE MESURE MAGNÉTIQUE

Dans cette annexe, on aborde sommairement les différentes méthodes de mesures magnétiques. On converge rapidement vers des mesures quasistatiques à deux enroulements. On évoque par le fait même les avantages reliés à concevoir des enroulements à très haute température, malgré les défis d'isolation électrique. On discute alors les géométries possibles de l'échantillon. Un vieux concept est illustré par éléments finis, celui du facteur de démagnétisation associé à une interface où il y a un saut de perméabilité magnétique, ce qui permet de justifier qu'un parcours magnétique fermé s'avère être de mise pour nos besoins. Cette première annexe se termine en abordant l'impact d'une section carrée versus une section circulaire et en comparant les tailles de fils optimales pour chacune des bobines.

A.1 Approches volumiques

A.1.1 Incompatibilité des méthodes de fréquence résonante

De nombreuses méthodes (Fiorillo, 2004) emploient le concept de fréquence résonante pour détecter la perméabilité magnétique d'un échantillon à un certain point d'opération. Avec des circuits résonants de haute qualité ou des amplificateurs détectant la phase (*lock-in amplifiers*), il est possible d'augmenter significativement le ratio signal sur bruit. Par contre, ces méthodes ne s'adaptent pas à l'objectif poursuivi ici, qui est d'obtenir des courbes de magnétisation majeures indépendantes de la fréquence.

Tel qu'expliqué dans la revue de littérature à la section 2.1.4, il existe un régime linéaire et réversible à faible excitation. Dans ces conditions, on obtient une seule fréquence de résonance liée à la valeur de l'inductance de l'échantillon. Par contre, ce régime présente des propriétés différentes de la boucle majeure d'hystérésis. Ainsi, avec un point d'opération DC et une excitation superposée, on sollicite des propriétés différentes de celles que l'on cherche à mesurer dans ce travail. En effet, ici on cherche plutôt un balayage continu de grande amplitude où les points d'inflexion coïncident avec les extrêmes.

D'autre part, la non-linéarité de la relation B - H implique une variation de l'inductance en fonction de l'amplitude du champ. L'application d'un signal de grande amplitude fait résonner plusieurs fréquences propres. Ceci rend la mesure de l'inductance en fonction de H , par un circuit résonant, plus difficile.

À ces défis, on doit ajouter l'effet de peau, qui provoque une non-uniformité du champ

magnétique dans l'échantillon. L'utilisation d'une excitation à relativement haute fréquence (kHz) pour atteindre la fréquence de résonance du circuit implique la résolution d'un problème inverse afin de s'affranchir des effets liés à la taille de l'échantillon. L'effet de peau est loin d'être négligeable et il dépend des propriétés magnétiques que l'on cherche à déterminer. Par la nature non-linéaire et hystérétique de la relation B - H , ce problème inverse est très difficile à résoudre.

A.1.2 Supériorité de la méthode à deux bobines

Les méthodes quasistatiques ou dynamiques à très basse fréquence impliquent une mesure de la tension induite. Ceci peut se faire par auto-induction dans la bobine d'excitation (méthode à une bobine) ou en mesurant directement cette tension induite dans la bobine de mesure. Ce deuxième choix nécessite un enroulement de plus, donc une préparation plus élaborée, mais l'analyse simplifiée des données et la précision accrue compensent largement l'effort additionnel et nous conduisent à choisir cette solution dans ce travail.

Détaillons ce raisonnement, sous l'hypothèse d'une densité de flux B uniforme sur la section de la bobine de mesure. Pour l'instant on considère que l'entièreté du volume de la bobine de mesure est occupée par l'échantillon ($\Phi_2 = \Phi_0 = \Phi$). On mesure la tension à ses bornes, soit V_1 pour la bobine d'excitation

$$\begin{aligned} V_1 &= V_R + V_L \\ &= RI \pm V_{1|ind} , \end{aligned} \tag{A.1}$$

et V_2 pour la bobine de mesure

$$V_2 = V_{2|ind} \tag{A.2}$$

où la tension induite est

$$\begin{aligned} V_{1|ind} &= -N_1 \frac{d\Phi}{dt} \\ &= -N_1 S_1 \frac{dB}{dt} \end{aligned} \tag{A.3}$$

et

$$\begin{aligned} V_{2|ind} &= -N_2 \frac{d\Phi}{dt} \\ &= -N_2 S_2 \frac{dB}{dt} . \end{aligned} \tag{A.4}$$

Dans ces équations, la tension due à la résistance de la bobine d'excitation est notée V_R , et celle reliée à l'impédance inductive est notée V_L . La bobine d'excitation génère le champ magnétique à l'aide d'un courant I , N_1 tours et une géométrie toroïdale ayant un diamètre d'anneau D . La bobine de mesure possède N_2 tours de section S_2 .

Dans une configuration à une seule bobine, l'information sur la réponse magnétique du coeur, soit de l'échantillon, est donnée par la bobine d'excitation. Dans ce cas, la valeur de la résistance doit être connue précisément pour le calcul de V_R . Chaque mesure magnétique doit alors mesurer la résistance de l'enroulement aux différentes températures et fréquences sollicitées. De plus, il faut être très prudent lorsqu'on se fie à des tableaux de valeurs mesurées ou calculées précédemment, car la résistivité du matériau conducteur utilisé dans le fil a tendance à augmenter avec le vieillissement du matériau conducteur à haute température. Il est à noter que la tension résistive est en phase avec le courant, mais aussi en phase avec les pertes hystérotiques. Le filtrage a posteriori n'est alors pas pratique. Pour ces raisons, on choisit d'utiliser une bobine de mesure. Ceci facilite la mesure et l'analyse des résultats tout en réduisant l'erreur de mesure.

A.2 Disposition respective des bobines

On prend maintenant pour acquis qu'une approche à deux bobines a été retenue. On aborde quelques décisions importantes à prendre dans le processus de design de la méthode, tel que la forme de la bobine d'excitation qui génère le champ source, appelée électro-aimant ainsi que la position respective des bobines.

A.2.1 Solénoïdes, bobines d'Helmoltz et possibilités à haute température

Le problème de design d'électro-aimant se complique du fait que l'échantillon doit pouvoir être amené à une température de mesure de 900°C. Une approche classique, illustrée à la figure A.1a, est d'employer un électro-aimant isolé thermiquement de l'échantillon. On fait alors référence à des enroulements à la température ambiante, soit une plage de température de 20°C à 80°C (dû à l'échauffement du fil de bobinage). On compare cette option à celle où l'électro-aimant opère à la température de mesure, tel qu'à la figure A.1b. Par simplicité, on présente le problème dans une géométrie linéaire : un barreau à l'intérieur d'un solénoïde. Outre les défis de l'usinage d'échantillon et l'espace d'isolation, les conclusions tirées tiennent aussi pour une géométrie annulaire. Dans cette section, on ne met pas en cause une géométrie linéaire versus une géométrie fermée, mais toutes les deux sont possibles.

Bien que la figure A.1 montre deux exemples bien différents, une combinaison des éléments

est possible. Les bobines de Helmoltz peuvent être remplacées par un solénoïde à température ambiante avec des extrémités surenroulées pour y augmenter l'amplitude du champ et ainsi augmenter l'uniformité du champ. Dans un même ordre d'idée, il peut être avantageux d'avoir une bobine de mesure à la température de mesure sans y joindre la bobine d'excitation. Les prochains paragraphes détaillent les raisons pour lesquelles on opte pour une disposition finale de type b, tel que montré à la figure A.1b.

A.2.2 Une bobine de mesure à la température de mesure

Pour commencer, on montre qu'on a avantage à avoir une bobine de mesure plus rapprochée de l'échantillon. Tout flux magnétique un volume d'air ou de céramique autour de l'échantillon contribue à dégrader le rapport du signal utile sur le signal inutile, soit

$$\frac{\frac{d\Phi/dt}{d\Phi/dt}_{\text{échantillon}}}{\frac{d\Phi/dt}{d\Phi/dt}_{\text{air}}} = \frac{d\Phi_0/dt}{d\Phi_2/dt - d\Phi_0/dt} . \quad (\text{A.5})$$

En considérant un champ magnétique uniforme sur la section, ce rapport du signal utile devient

$$\begin{aligned} \frac{\frac{d\Phi/dt}{d\Phi/dt}_{\text{échantillon}}}{\frac{d\Phi/dt}{d\Phi/dt}_{\text{air}}} &= \frac{dB_0/dt}{d(\mu_0 H)/dt} \frac{S_0}{(S_2 - S_0)} \\ &= \frac{\frac{dB}{dH} \frac{dH}{dt}}{\mu_0 \frac{dH}{dt}} \frac{S_0}{S_2 - S_0} \\ &= \mu_{r|d} \frac{d_0^2}{(d_2^2 - d_0^2)} . \end{aligned} \quad (\text{A.6})$$

La soustraction de la contribution du flux dans la céramique n'est pas un problème à des valeurs de faible magnétisation, car la forte perméabilité relative $\mu_{r|d}$ permet de conserver un bon rapport de signal utile. La précision souffre plutôt au-delà du coude de la courbe $B-H$, lorsque la perméabilité se rapproche de celle de l'air. Dans tous les cas, il est préférable de minimiser la différence $d_2^2 - d_0^2$ et d'avoir une bobine de mesure très près de l'échantillon. Ceci implique de n'avoir aucune isolation thermique entre l'échantillon et la bobine de mesure. La figure A.2 met en évidence le raisonnement.

A.2.3 Une bobine d'excitation solénoïdale à la température de mesure

Deux métriques sont utilisées pour comparer les diverses dispositions possibles de la bobine d'excitation. La première est la quantité de matériau conducteur requise pour créer un champ

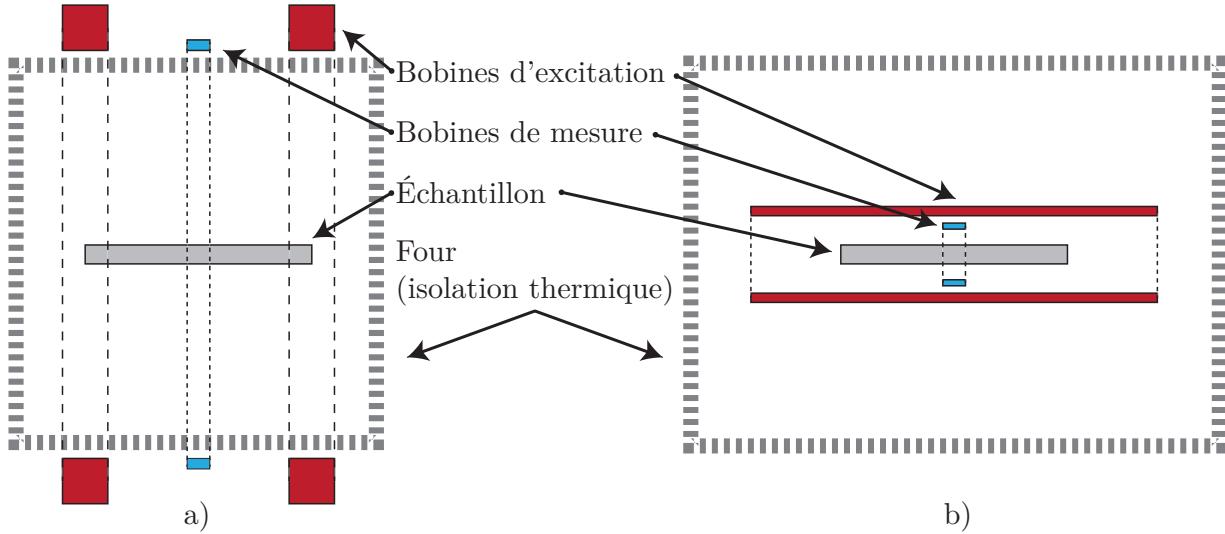


Figure A.1 Vues en coupe de deux dispositions d'enroulements pour générer un champ magnétique ainsi que pour mesurer le flux magnétique traversant un échantillon chauffé jusqu'à 900°C : a) l'excitation provient de bobines de Helmoltz à l'extérieur du four, et la bobine de mesure est aussi à l'extérieur du four ; b) les deux enroulements solénoïdaux sont à l'intérieur du four.

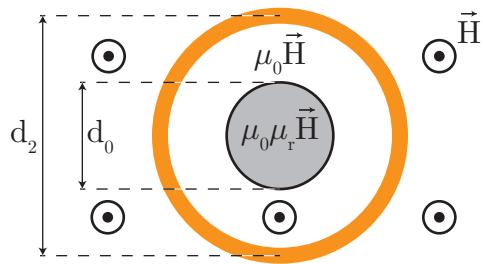


Figure A.2 On illustre un échantillon ferromagnétique ($B = \mu_0\mu_r H$) de géométrie cylindrique avec une section $\pi d_0^2/4$ à l'intérieur d'une bobine de mesure de section $\pi d_2^2/4$ formée d'air ou d'isolation thermique ($B = \mu_0 H$). Un champ magnétique d'excitation \vec{H} est appliqué par une source non-illustrée.

magnétique de 100 kA/m en son centre, et la deuxième métrique est la longueur d'uniformité. Ces calculs sont faits en considérant des bobines infiniment minces et une densité de courant dans le cuivre de 7.2 A/mm². Cette dernière valeur correspond à 15 A dans un fil AWG14. On utilise l'équation

$$H_x(x, 0) = 4NIR^2 \left[\frac{1}{(4R^2 + (2x + R)^2)^{3/2}} + \frac{1}{(4R^2 + (2x - R)^2)^{3/2}} \right] \quad (\text{A.7})$$

pour calculer le champ magnétique à la position x le long de l'axe central de bobines d'Helmholtz de rayon R (Fiorillo, 2004). L'équation

$$H_x(x, 0) = \frac{NI}{2L} \left[\frac{L + 2x}{(D^2 + (L + 2x)^2)^{1/2}} + \frac{L - 2x}{(D^2 + (L - 2x)^2)^{1/2}} \right] \quad (\text{A.8})$$

est utilisée dans le cas d'un solénoïde de longueur L et de diamètre D (Fiorillo, 2004).

La longueur d'uniformité raisonnable est la longueur pour laquelle l'écart entre le champ magnétique local et la valeur nominale n'excède pas 2%. Ce besoin n'est pas relié à la longueur de l'échantillon, mais bien à la longueur de la bobine de mesure. L'intensité du champ magnétique doit être uniforme au travers de son volume. Puisqu'il n'y a pas de contrainte rigide sur la longueur minimale d'une bobine de mesure, on considère que 4 cm est une longueur raisonnable d'uniformité.

La première option étudiée quant à la position et la taille de la bobine d'excitation est de la garder à température ambiante. On fournit un espacement pour l'isolation thermique : 5 cm semble être un minimum acceptable déterminé expérimentalement. Des bobines de Helmholtz ayant un rayon interne de 8 cm nécessitent un total de 5.5 kg de cuivre pour fournir un champ magnétique de 25 kA/m. L'espacement entre ces bobines et la longueur d'uniformité du champ sont déterminés par le rayon des bobines, qui ne peut être réduit dû à l'isolation thermique. Une réduction de la quantité de cuivre est tout de même possible en dérogeant de la configuration de Helmholtz.

Une deuxième option est une bobine d'excitation à température de mesure, tout en adoptant la géométrie d'un solénoïde ayant un rayon de 1.5 cm. Seulement 0.3 kg de cuivre est nécessaire pour fournir un champ magnétique de 25 kA/m en son centre et uniforme sur une longueur suffisante d'environ 4 cm.

En troisième lieu, il est pertinent de considérer une géométrie solénoïdale similaire, mais à la température ambiante. Celle-ci n'a cependant pas une uniformité de champ acceptable. Il faut prévoir un solénoïde de 20 cm de diamètre pour réservé la place de l'isolation thermique et de longueur comparable (10 cm) pour être compétitif au niveau de la quantité de cuivre.

Ainsi, la comparaison se fait réellement entre les grandes bobines de Helmholtz, à température ambiante et le solénoïde étroit à la température de mesure. Dans ce cas, l'enroulement à la température de mesure possède de plus grands avantages.

La zone de champ uniforme avec le solénoïde à température de mesure est réduite, mais demeure acceptable. Ceci a pour avantage de réduire la masse de cuivre. Les bobines de Helmholtz ne peuvent pas être plus petites – donc plus rapprochées – dû à la limitation sur leur rayon interne. Une économie de cuivre se traduit par une réduction des coûts et de la masse thermique, un point important dans le cas du solénoïde chauffé simultanément avec l'échantillon.

Une conclusion importante est que la géométrie de l'échantillon n'est pas imposée par la source de champ magnétique. En retenant l'option de l'enroulement à la température des mesures, cela implique que ceux-ci mouleront l'échantillon de très près. La géométrie peut être un cadre d'Epstein, un barreau ou un anneau.

A.3 Géométrie de l'échantillon

L'échantillon peut prendre trois formes différentes. On compare le barreau, le cadre et l'anneau.

A.3.1 Barreau

La configuration linéaire est la plus simple expérimentalement. L'échantillon, rapide à fabriquer, peut être inséré dans un porte-échantillon réutilisable. La mesure de différents matériaux est alors très rapide. Les inconvénients sont reliés à la longueur finie de l'échantillon et aux effets de bords (champ démagnétisant), difficiles à contrôler et à prédire.

D'une part, l'uniformité d'un champ créé par un solénoïde fini a été abordée précédemment. L'erreur peut être bornée en connaissant sa longueur, son diamètre ainsi que la longueur de la zone de mesure, soit la zone d'uniformité désirée.

D'autre part, les effets de bord affectent de manière considérable l'amplitude du champ magnétique à l'intérieur de l'échantillon. Ceux-ci peuvent être expliqués par deux concepts. Premièrement, la continuité de la densité de flux magnétique oblige une réduction du champ magnétique perpendiculaire à l'interface. Cet écrantage est proportionnel à l'amplitude de la magnétisation M , soit proportionnelle au μ_r . Deuxièmement, une interface avec une variation élevée de perméabilité relative force le champ magnétique à croiser l'interface de manière perpendiculaire. Avec un grand μ_r entouré d'air, on se rapproche de l'hypothèse du conducteur

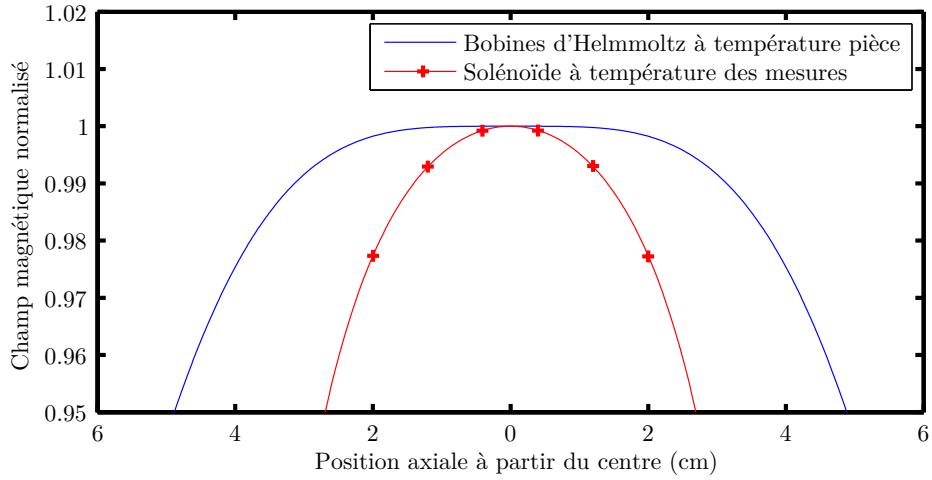


Figure A.3 On trace l'amplitude du champ magnétique le long de l'axe central. Le solénoïde, plus étroit que les bobines de Helmholtz, permet d'obtenir la longueur d'uniformité désirée. Les bobines de Helmholtz fournissent nécessairement une uniformité supérieure aux besoins, car elles sont limitées par leurs rayons internes dus à l'isolation thermique.

Tableau A.1 On compare les spécifications de bobines de Helmholtz (température ambiante) avec celles d'un solénoïde à la température de mesure pour justifier le choix d'employer une bobine d'excitation à la température de mesure.

	Helmholtz	Solénoïde
Plage de température	20-80°C	20-900°C
Rayon	8.6 cm	1.5 cm
Champ magnétique au centre	25 kA/m	25 kA/m
Longueur d'uniformité à 2%	7.6 cm	3.8 cm
Nombre d'ampère-tours	3600×2	2615
Masse de cuivre approximative	5.5 kg	0.3 kg

magnétique parfait. Ces deux phénomènes sont illustrés par les résultats d'une simulation éléments finis à la figure A.4a. Le barreau est de dimensions semblables à celles considérées précédemment : une section circulaire, un diamètre de 5 mm et une longueur de 10 cm. La figure A.4b montre l'écrantage du champ magnétique par les effets de bord en fonction de la perméabilité. On voit qu'une longueur de 10 cm, soit une dimension d'échantillon raisonnable, n'est pas suffisante pour négliger les effets de bords lorsque la perméabilité relative est supérieure à 10.

A.3.2 Laminations et cadre d'Epstein

Le cadre d'Epstein est couramment utilisé dans l'étude magnétique des laminations. C'est un compromis entre le circuit magnétique fermé d'un anneau et la simplicité du barreau. Le cadre est carré et il est formé de 4 morceaux assemblés. Les côtés peuvent être facilement insérés dans des enroulements réutilisables. Dans le cas des laminations, les empilements se chevauchent aux coins pour réduire l'entrefer effectif dans le circuit magnétique, tel qu'illustré la figure A.5. L'approche du cadre s'applique avec un matériau massif, mais l'épaisseur de l'entrefer à la jonction des barreaux est une source d'erreur importante, car le chevauchement n'est pas pratique.

Comme pour la géométrie linéaire, les effets de bord à proximité de l'entrefer provoquent un écrantage du champ magnétique dans l'échantillon. L'impact dépend de la magnétisation et conséquemment du champ magnétique local. Pour évaluer l'ampleur de l'écrantage, on utilise un modèle éléments finis avec Comsol illustré à la figure A.6. Seulement le huitième du cadre est modélisé. On utilise un cadre de 5 cm d'arête avec une section carrée de 5 mm de côté. Un cas où $\mu_r = 1000$ et un entrefer de 0.1 mm semblent raisonnable avec les moyens à notre disposition. En tenant compte des résultats présentés à la figure A.7, on prévoit un impact considérable de l'entrefer sur les mesures.

A.3.3 Anneau

La dernière géométrie, qui constitue un anneau (relativement massif), est la celle adoptée dans ce travail. Dans un tel parcours fermé, il n'y a pas de saut de perméabilité pour former un écrantage, ainsi le champ magnétique généré est parallèle à la géométrie dans tout le volume. Les grands inconvénients sont :

1. le travail requis pour l'usinage d'échantillons ;
2. le bobinage des enroulements autour d'une géométrie fermée ;
3. la calibration dans le cas d'enroulements inséparables de l'échantillon ;

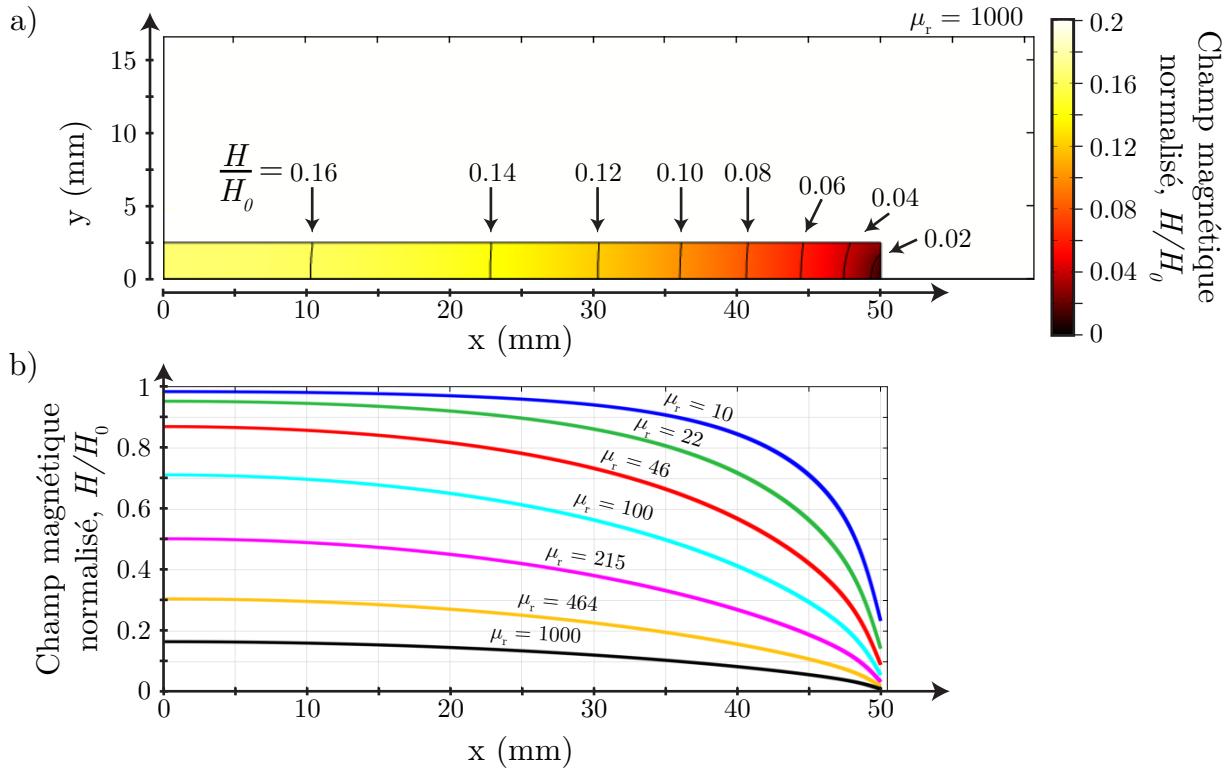


Figure A.4 On fait une simulation éléments finis 2D axisymétrique d'une tige ferromagnétique de 10 cm de longueur et 10 mm de diamètre (section circulaire). a) On y illustre la distribution du champ magnétique à l'intérieur pour $\mu_r = 1000$. Les effets de bord (le champ démagnétisant) réduisent le champ magnétique local pour satisfaire la continuité de la densité de flux magnétique normale et du champ magnétique tangentiel. b) L'écrantage par les effets de bord est proportionnel à la perméabilité que l'on veut mesurer.

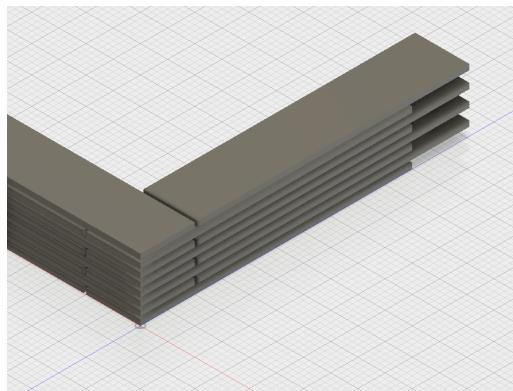


Figure A.5 Deux arêtes d'un cadre d'Epstein sont schématisées pour montrer le chevauchement des laminations aux coins.

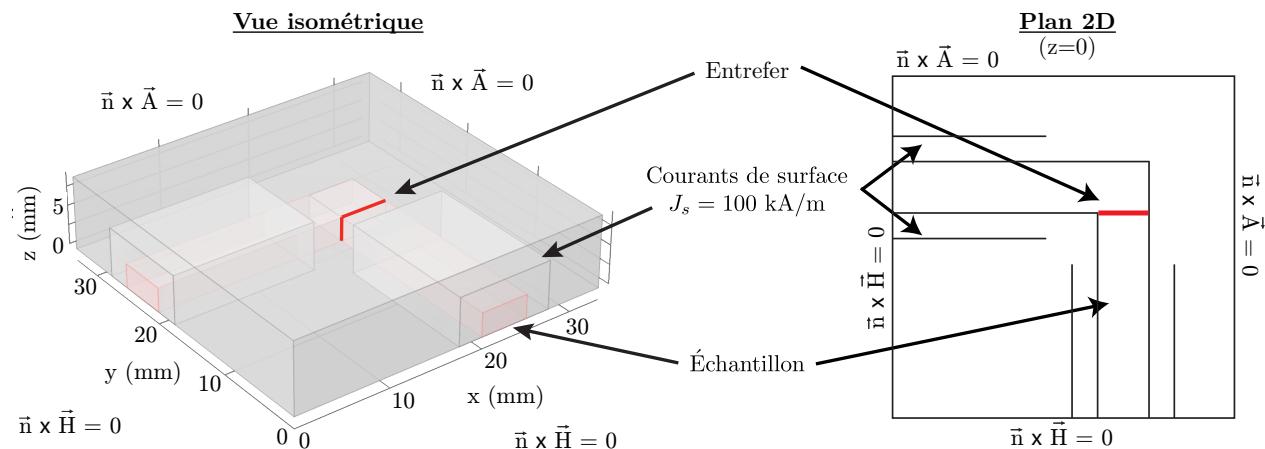


Figure A.6 Un modèle éléments finis met en évidence les effets de bord dû à l'entrefer dans une géométrie en cadre. En tirant avantage de la symétrie, seulement le huitième de la géométrie est modélisé. Les conditions frontières sont annotées dans le plan 2D.

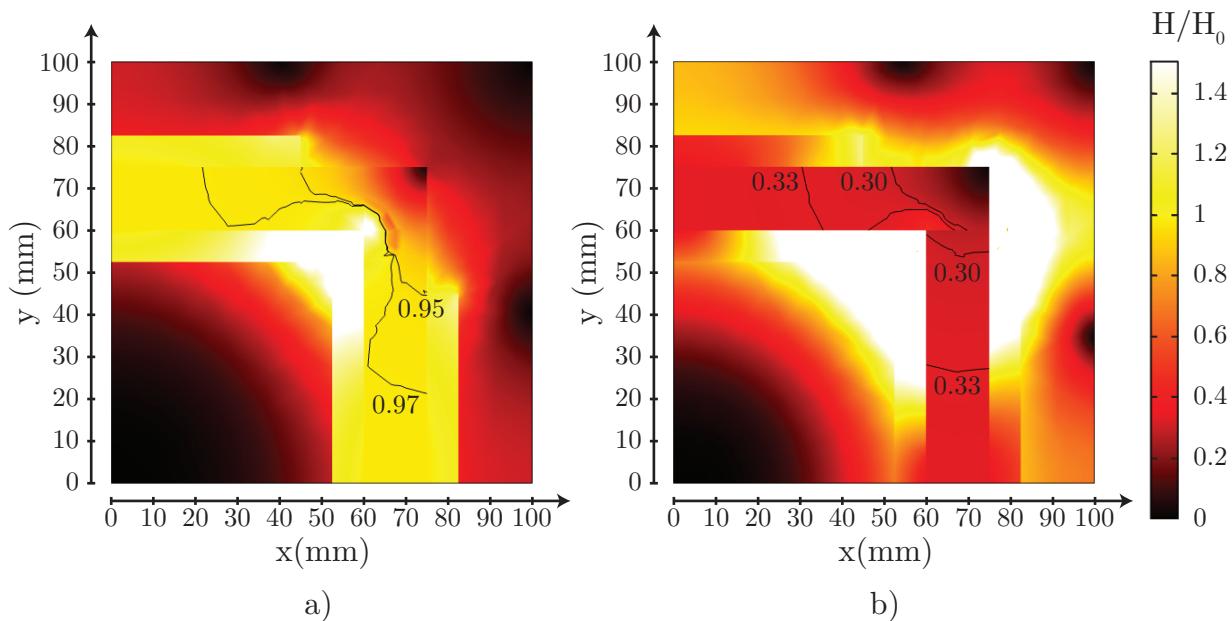


Figure A.7 a) Sans entrefer, il n'y a pas d'effet d'écrantage, le circuit magnétique est parfaitement fermé. b) En considérant un entrefer de 0.1 mm, les effets de bord ont un impact important sur le champ magnétique. Les deux simulations a) et b) considèrent une perméabilité constante et sans hystérésis ($\mu_0\mu_r = \partial B / \partial H = B / H$) de $1000\mu_0$ pour l'échantillon.

4. la non-uniformité du champ magnétique en fonction de la position radiale.

Les trois premiers points doivent être considérés, mais ils sont facilement gérables :

1. il est tout à fait raisonnable de trouver l'expertise capable d'usiner un toroïde d'acier ;
2. on présente des outils facilitant la fabrication des enroulements à la section 3.3.2 ;
3. on montre que la calibration des enroulements devrait se faire au-dessus de la température de Curie à la section 5.7.

Le quatrième point implique que le champ magnétique à l'intérieur de la section de l'anneau s'affaiblit en s'éloignant du centre de l'anneau. Cette importante non-uniformité est abordée en détail à la section 5.5. On y calcule l'importance de l'erreur sur le champ et on présente l'idée de déconvoluer le signal mesuré pour obtenir les propriétés magnétiques locales.

A.3.4 Section carrée versus circulaire

Une section circulaire permet d'avoir le plus haut niveau de confiance dans les mesures. Le rapport signal sur bruit est maximisé et les spires ont tendance à bien suivre la forme d'un cercle. À l'opposé, les côtés des enroulements de section carrée ont tendance à s'arrondir tels qu'illustrés à la figure A.8, modifiant l'aire des spires. La section carrée, cependant, simplifie l'usinage de l'échantillon. Ayant les ressources nécessaires pour l'usinage de l'échantillon, et puisque l'objectif du projet est d'obtenir des mesures de référence en matière de propriétés magnétiques, on opte pour un anneau de section circulaire.

Dans les deux cas, la section de la bobine de mesure est différente de celle de l'échantillon. Il faut considérer qu'une composante du flux total provient de la céramique entourant l'échantillon. Pour une section circulaire, ce volume est associé à la fine couche de céramique nécessaire à l'isolation électrique de la bobine de mesure par rapport à l'acier. Pour une section

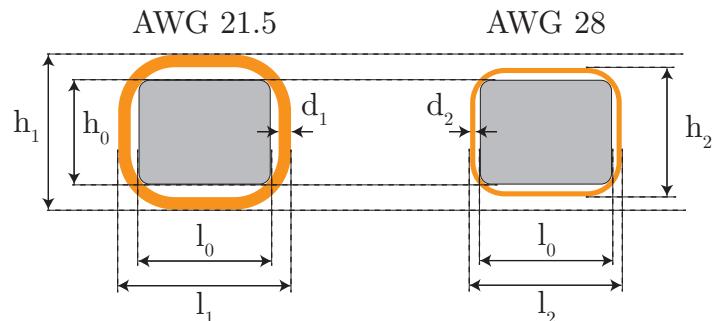


Figure A.8 Enroulement d'un fil autour d'une section rectangulaire : une source d'erreur se situe dans la détermination de l'aire de la bobine de mesure autour d'un échantillon de section rectangulaire.

carrée, il faut absolument avoir un moule pour garantir de la géométrie de la bobine de mesure. L'erreur sur la section est proportionnelle au carré de ce diamètre. Ce raisonnement a déjà été expliqué à la section A.2.

A.4 Choix de la taille de fil

Le choix de la taille du fil repose sur un calcul similaire à celui de l'optimisation d'un électro-aimant. Nous voulons maximiser le champ magnétique au centre de l'échantillon tout en considérant les limites de l'amplificateur, le problème thermique de l'échauffement du fil, ainsi que les dimensions de l'échantillon. Le problème se divise en deux parties : le choix du fil de la bobine de mesure et le choix du fil de la bobine d'excitation.

A.4.1 Un fil mince pour la bobine de mesure

La bobine de mesure sert à mesurer la densité de flux magnétique dans l'échantillon. La sensibilité est directement proportionnelle au nombre de tours. Ainsi, la limite est plutôt mécanique, car la manipulation d'un fil très mince est délicate. L'espacement des spires, pour assurer l'isolation électrique à haute température par la céramique, est laborieux et peut engendrer une erreur sur le nombre de tours due à un contact inter-spirre. Un fil de 0.51 mm à 0.25 mm (AWG24 à AWG30) semble être un bon compromis. Bien sûr, l'utilisation d'un fil isolé à haute température (à grand facteur d'espace) et d'une machine d'enroulement pourrait augmenter la sensibilité de manière considérable.

A.4.2 Limite en densité de courant pour la bobine d'excitation

La bobine d'excitation est responsable du champ magnétique et se situe en surface de l'échantillon. Le diamètre de cette bobine est d'environ 10 mm. Pour un design optimisé, le diamètre du fil doit satisfaire deux contraintes imposées par l'amplificateur qui alimente cette bobine, i.e. :

$$I_{max} = 30 \text{ A} \text{ et } V_{max} = 120 \text{ V} .$$

Une densité de courant maximale ajoute une troisième contrainte sur le diamètre minimal du fil. Dans notre cas, c'est la densité de courant qui provoquerait la fusion du fil au cours d'une utilisation normale. Bien que ce soit une définition arbitraire, on la définit comme étant la densité de courant qui cause un rythme de chauffe dans le fil de $100^{\circ}\text{C}/\text{s}$ à une température de 900°C . De plus, on considère le fil comme un environnement adiabatique. Cette condition d'adiabaticité sert de facteur de sécurité, car, en réalité, la bobine d'excitation dissipe une partie de sa puissance thermique à son environnement. Ainsi, l'équation utilisée pour calculer

la densité de courant maximale est

$$\frac{dT}{dt} = \frac{\rho_e J_{max}^2}{\rho_m C_p}.$$

Par simplicité, tout en augmentant le facteur de sécurité, la chaleur spécifique C_p est prise à 25°C, la résistivité ρ_e est prise à 900°C et la densité ρ_m est prise à 25°C. Le tableau A.2 contient les propriétés utilisées. Nous obtenons donc une densité maximale de courant de 69.2 A/mm² pour le cuivre et de 31.2 A/mm² pour un alliage de type CuNi23.

Dans tous les cas, notre objectif est de maximiser le champ magnétique H qu'on peut appliquer pour une longueur d'échantillon l_0 , un diamètre du fil conducteur d_{fil_1} et un facteur de remplissage $F = d_{cu}^2/d_{fil_1}^2$, i.e.

$$\begin{aligned} H &= \frac{N \cdot I}{l_0}, \\ \text{où } N &= \frac{l_0}{d_{fil_1}} = \frac{l_0}{\frac{1}{\sqrt{F}} d_{cu}}, \\ \implies H &= \frac{I}{d_{cu}/\sqrt{F}}, \\ \text{et où } J &= \frac{I}{\pi d_{cu}^2/4}, \\ \implies H &= \frac{J\pi d_{cu}}{4/\sqrt{F}}. \end{aligned} \tag{A.9}$$

On voit bien qu'un grand diamètre de fil est avantageux pour une même densité de courant. Ceci est vrai jusqu'à concurrence du courant limite que peut fournir l'amplificateur, soit le 30 A que l'on s'est fixé. Calculés simplement, les diamètres optimaux qui satisfont le courant limite et les densités de courant maximales sont respectivement de 0.74 mm et 1.11 mm pour

Tableau A.2 Propriétés physiques utilisées pour le calcul de la densité de courant maximale.

Fil conducteur		Cuivre	CuNi23	
Résistivité à 20°C	ρ_0	1.71	30	($\mu\Omega \cdot \text{cm}$)
Coefficient de résistivité thermique	α	4.0×10^{-3}	0.2×10^{-3}	(1/K)
Résistivité calculée à 900°C	ρ_e	7.3	35.3	($\mu\Omega \cdot \text{cm}$)
Chaleur spécifique à 25°C	C_p	386	386	(J/kg·K)
Densité à 25°C	ρ_m	8900	8900	(kg/m ³)
Densité de courant maximale	J_{max}	68.6	31.2	(A/mm ²)

le cuivre et l'alliage CuNi23.

La dernière contrainte à satisfaire est la tension aux bornes de l'amplificateur. Puisque la mesure se fait à très basse fréquence, de 0.1 Hz à 10 Hz, on étudie le problème résistif. On fait d'abord l'approximation que la courbure de l'échantillon est négligeable sur l'entassement des spires, soit $l_{0|int} = l_{0|ext} = l_0$. Ainsi on surévalue le nombre de spires et la résistance totale. On calcule ensuite la résistance R_1 de la bobine d'excitation de diamètre d_1 en considérant les diamètres de fil d_{cu} des alliages cités ci-dessus par

$$R_1 = \frac{\rho_e l_1}{S_1} = \frac{\rho_e (\pi d_1 N_1)}{(\pi d_{cu}^2/4)} = \frac{\rho_e \pi d_1 l_0}{\frac{1}{\sqrt{F}} \pi d_{cu}^3/4}. \quad (\text{A.10})$$

Les deux matériaux permettent des bobines ayant des résistances de moins de 1.25Ω , ce qui est bien en-dessous de la limite de 4Ω pour respecter la tension de 120 V, pour un courant de 30 A à très basse fréquence.

A.5 Considérations thermiques pour la distance inter-enroulements

Règle générale, on tente de garder l'échantillon et ses enroulements le plus compacts possible. Un seul paramètre nous limite : la distance inter-enroulements. Celle-ci agit comme isolation électrique et thermique lors d'une mesure magnétique. Idéalement, la température de l'échantillon resterait constante au cours d'une mesure magnétique, malgré un courant potentiel de 30 A circulant dans la bobine d'excitation (qui sert à créer le champ). La puissance résistive égaliserait le flux de chaleur sortant. Pour les mesures à température ambiante, la puissance résistive d'excitation est nettement plus grande que le flux de chaleur total sortant, et il est important de limiter la variation de température de l'échantillon. Il faut choisir judicieusement l'épaisseur de la céramique inter-enroulements pour modifier la constante de temps du problème de diffusion thermique.

Une simulation éléments finis 1D axisymétrique et un modèle d'échantillon cylindrique donnent une bonne approximation. Ces considérations, ainsi qu'une frontière extérieure adiabatique, accentuent l'échauffement calculé de l'échantillon. La totalité de la puissance est générée dans la bobine d'excitation – la couche extérieure de l'échantillon – et on étudie la réponse transitoire pendant 5 secondes. Les propriétés des matériaux sont gardées constantes par simplicité. La figure A.9 montre par un trait plein l'augmentation de température en surface de l'échantillon et par un trait pointillé l'augmentation au centre de celui-ci. La puissance responsable de cette élévation de température représente celle dissipée dans la bobine d'excitation au cours d'une mesure magnétique.

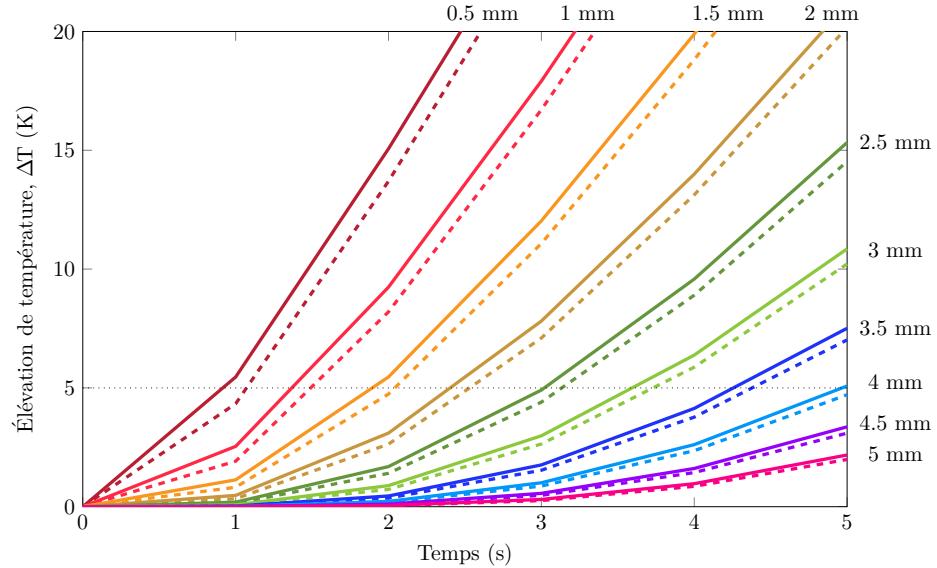


Figure A.9 On compare l'évolution de la température du cœur d'acier – en surface (trait plein) ainsi qu'au centre (trait pointillé) – lorsque les spires en cuivre sont traversées par 70 A/mm^2 . Une isolation thermique minimale de 1.5 mm entre les deux bobines est nécessaire pour éviter une trop grande variation de température ($\sim 5^\circ\text{C}$) du cœur au cours d'une mesure de ~ 2 s.

On définit la limite d'acceptabilité à 5°C . D'après la figure A.9, une épaisseur inter-enroulements de 1.5 mm serait la borne inférieure pour atteindre ce critère lors d'une mesure de 2 secondes. Ce temps représente 2 cycles de 1 Hz et il est suffisant pour obtenir de bonnes mesures magnétiques.

A.6 Conclusion de l'annexe A

Suite à l'exploration des méthodes de mesures magnétiques, on adopte une mesure à deux bobines autour d'un échantillon annulaire. La bobine de mesure, formée d'un fil de petit diamètre, est à l'intérieur de la bobine d'excitation, qui doit elle-même être constituée d'un fil ayant un diamètre maximal. La taille de ce deuxième fil doit satisfaire les limites de l'amplificateur de puissance, lorsque le conducteur est à la température maximale d'utilisation, et à sa limite en densité de courant. Ces deux enroulements ont avantage à être adaptés aux températures de mesures. Cette disposition d'enroulements permet une réduction de l'erreur et une économie importante d'espace et de cuivre. La géométrie annulaire implique tout de même une déconvolution pour adresser la non-uniformité du champ magnétique en fonction de la position radiale, mais cette géométrie fermée facilite le contrôle sur le champ magnétique due à l'absence d'effet démagnétisant.

ANNEXE B CALCUL DU DIAMÈTRE MOYEN PAR TRAITEMENT D'IMAGES

L'utilisation d'un moule, tel que présenté à la section 3.3.2, permettrait d'obtenir une précision mécanique similaire à celle de la section de l'échantillon, soit 0.05 mm ($\sim 0.7\%$). Cependant, pour des raisons reliées au temps de développement, nous n'avons pas réalisé de moule dans nos échantillons, ce qui augmente considérablement l'incertitude sur le diamètre d_2 . Contrairement à un moule de section uniforme, la première couche de céramique actuelle, entre la bobine de mesure et l'échantillon, a une épaisseur peu contrôlée. Dans le cas présent, l'approche adoptée est de mesurer la taille de chaque spire individuellement en employant des techniques de traitement d'images. Le résultat est satisfaisant pour la preuve de concept dans ce travail, mais la mesure du diamètre par traitement d'image s'avère une mauvaise approche pour avoir des mesures de qualité.

Lors de sa préparation, l'échantillon est photographié pour observer la bobine de mesure, tel que montré à la figure 3.8. La photo est prise par un scanner avec une largeur de pixel de 0.0847 mm (300 dpi). Un papier millimétrique, inclus dans la photo, confirme cette échelle dans le plan de l'objet à $\pm 0.3\%$ près. Les extrémités des spires sont identifiées manuellement sur l'image. Un extrait de ce travail est illustré à la figure B.1. En second lieu, on détermine le centre de l'échantillon dans l'image, soit le point (x_0, y_0) qui minimise la somme des carrés de la distance entre le cercle de diamètre D et chaque extrémité (x_i, y_i) :

$$\text{fonction à minimiser} = \sum_i \left(\sqrt{(x_i - x_0)^2 + (y_i - y_0)^2} - D/2 \right)^2. \quad (\text{B.1})$$

On calcule ensuite le rayon vers les extrémités intérieures $\vec{\rho}_{int}$ et le rayon vers les extrémités extérieures $\vec{\rho}_{ext}$. La figure B.2 illustre ces rayons dans un contexte où le diamètre de la spire est bien différent de la distance entre ses deux extrémités. Le diamètre de la spire est donné par la différence $|\vec{\rho}_{int}| - |\vec{\rho}_{ext}|$. De cette manière, on définit un diamètre appartenant au plan de la section, c'est-à-dire qu'il est perpendiculaire au champ magnétique.

Le diamètre calculé de chacune des spires est présenté à la figure B.3. On présente aussi le diamètre moyen $\langle d_2 \rangle$. Une autre droite désigne le diamètre de l'échantillon : $d_0 = 4.99$ mm. Aucune spire ne peut avoir un diamètre inférieur à cette valeur. On remarque que la méthode de traitement d'image produit des diamètres jusqu'à 0.7 mm en dessous de la taille de l'échantillon sans même considérer l'épaisseur de céramique. L'incertitude sur la mesure est grandement supérieure au 0.1 mm désiré.

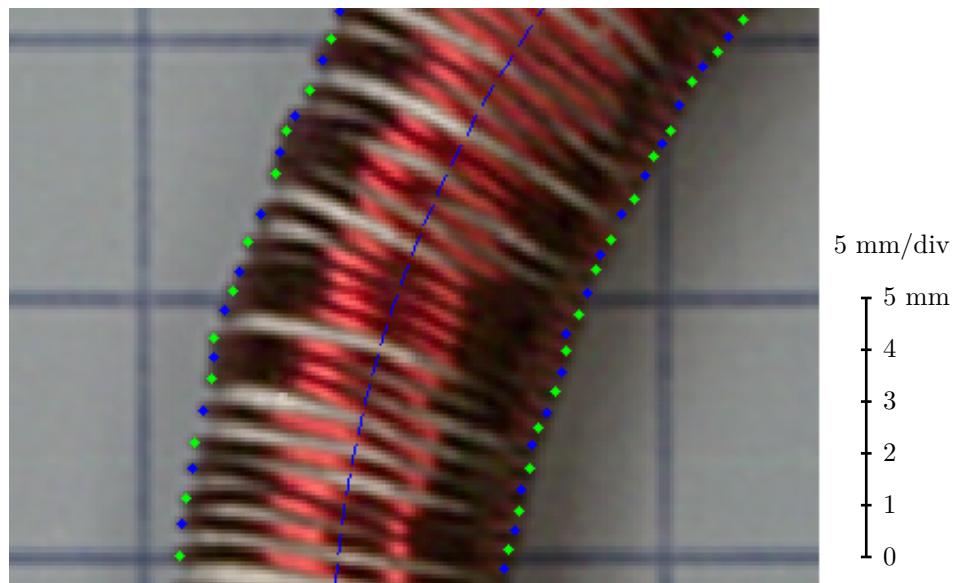


Figure B.1 Les extrémités de chaque spire sont identifiées manuellement pour calculer leur diamètre.

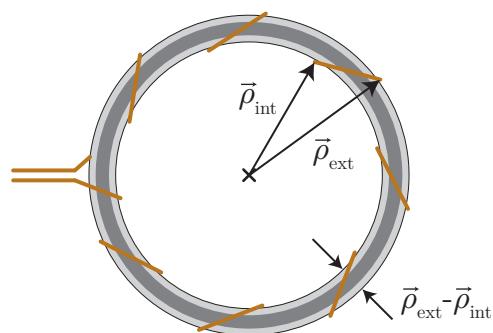


Figure B.2 Les vecteurs rayons vers les extrémités intérieures et extérieures sont identifiés pour le calcul du diamètre d'une spire. L'enroulement illustré est choisi pour souligner la nuance entre le diamètre de la spire et la distance entre ses deux extrémités.

Pour pallier à l'inconsistance de ces résultats, on tente de corriger le diamètre calculé. En imposant la valeur minimale à 5.0 mm, on décale à la hausse toutes les valeurs de diamètres calculées. Le diamètre moyen ainsi obtenu passe de 6.65 mm à 7.33 mm. On associe cette correction de 0.7 mm à l'incertitude sur le diamètre de chacune des spires, car il n'est pas clair si toutes les spires sont affectées également. Une erreur de 0.7 mm sur un diamètre de 7.33 mm (9.5%) représente une erreur de $0.43 \mu_0 H$ ($\sim 0.5\%$ à 16 kA/m et $\sim 5\%$ à 200 kA/m) sur la densité de flux magnétique dans l'acier, selon l'équation 5.7.

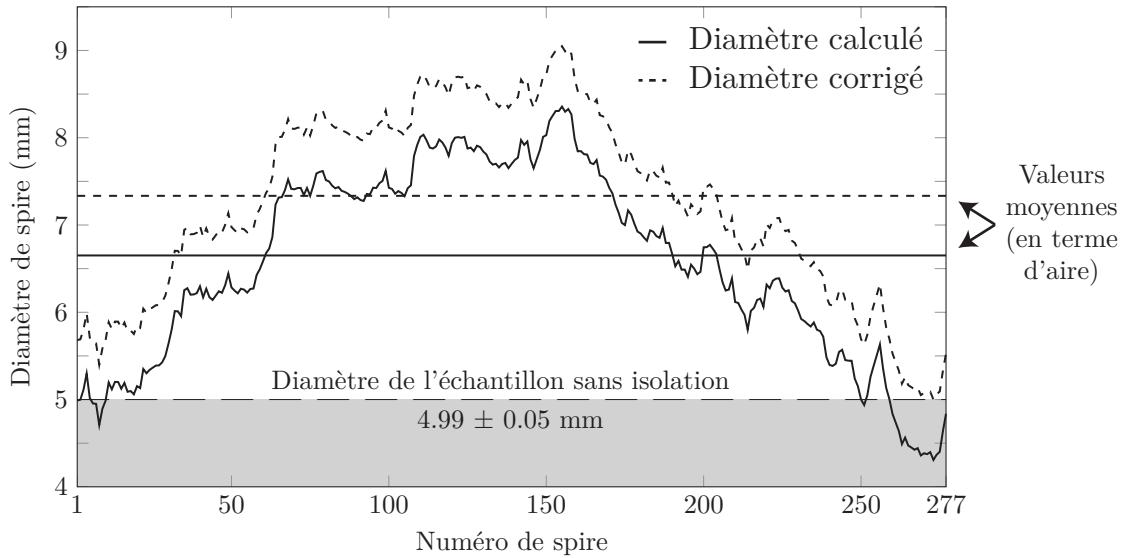


Figure B.3 On observe la distribution de diamètres de spires à la bobine de mesure calculée par traitement d'image. Une correction scalaire est appliquée à toutes les valeurs pour que le diamètre minimal coïncide avec le diamètre de l'échantillon. La figure comprend les diamètres moyens respectifs à chaque courbe et le diamètre de l'échantillon.

ANNEXE C ANALYSE EN TEMPÉRATURE

Cette annexe présente les réflexions reliées au montage de chauffe. L'idéal est une chauffe rapide et uniforme où la température se stabilise sans oscillations. Dans ces travaux, la solution finale (champ magnétique azimutal) utilise la bobine d'excitation pour chauffer l'échantillon. Le même amplificateur de puissance est donc utilisé à la fois pour générer le courant d'excitation, qui génère le champ magnétique, et le courant de chauffe, qui génère de la chaleur. Ainsi, aucune modification au circuit n'est nécessaire entre une mesure magnétique et une chauffe. Les courants sont cependant très différents dans les deux cas. Pour la chauffe, un courant à haute fréquence est imposé. Le champ magnétique alternatif induit des pertes par courants de Foucault dans l'échantillon et toutes pertes par effet Joule dans le fil contribuent à la chauffe de l'échantillon par conduction. Les options étudiées, illustrées à la figure C.1, sont :

1. l'utilisation d'un four commercial à haute température ;
2. l'imposition d'un courant directement dans l'échantillon (champ électrique azimutal) ;
3. l'utilisation d'une troisième bobine parallèle à l'axe de l'échantillon annulaire (champ magnétique axial) ;
4. l'utilisation de la bobine d'excitation sans modification, soit la solution choisie (champ magnétique azimutal).

C.1 Four commercial

L'utilisation d'un four est une méthode simple, fonctionnelle et rapide à développer. Par contre, certaines contraintes associées à cet équipement ne conviennent pas au projet :

1. Le four existant était peu accessible lors de ce travail ;
2. Le contrôle est lent et difficile dû à la grande masse thermique ;
3. La chauffe se fait en surface de l'échantillon seulement.

Puisque la forme et les dimensions de l'échantillon sont assez stables, il est plus simple et efficace de faire un four sur mesure avec un élément chauffant en fonction des besoins. On y gagne ainsi un montage probablement plus petit, plus économique et sans contrainte de disponibilité. De plus, une solution personnalisée peut inclure un système de chauffe plus complexe qu'un simple four. Il est possible, par plusieurs méthodes, de générer une puissance directement dans l'échantillon. Ceci peut s'avérer important lorsqu'on doit augmenter le

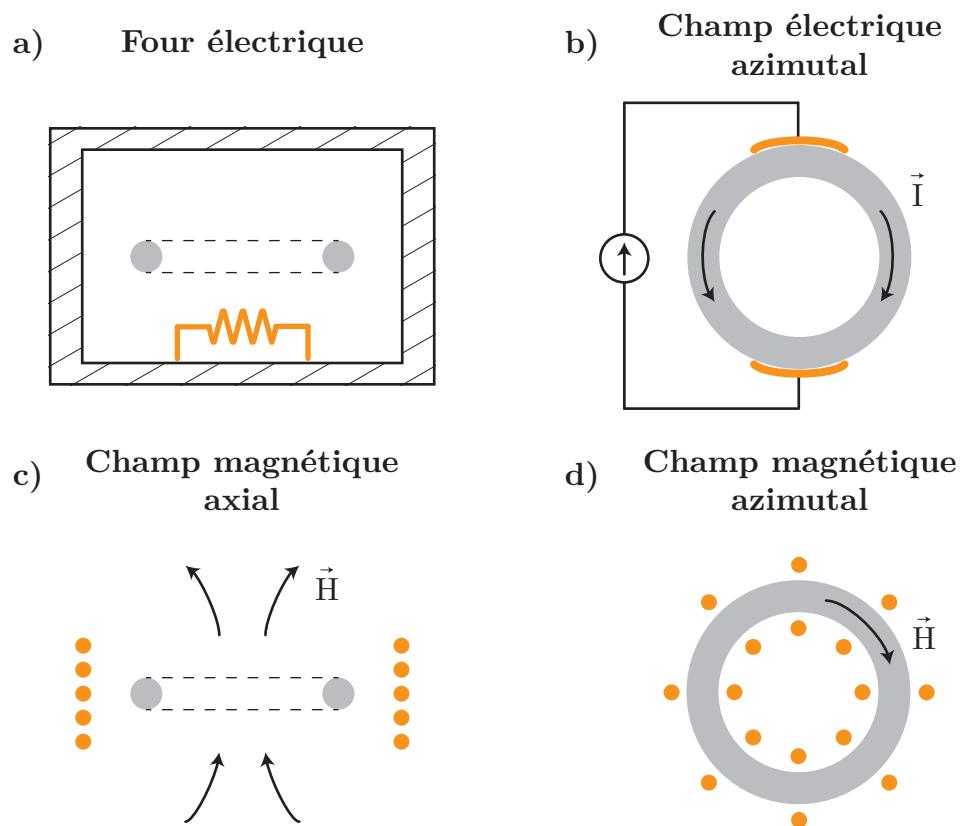


Figure C.1 On illustre les quatre méthodes de chauffe considérées dans ce travail (reprise de la figure 3.14).

flux de chaleur pénétrant dans l'échantillon sans trop éléver la température en surface de l'échantillon.

C.2 Chauffe par champ électrique azimutal

Certaines des méthodes de chauffe étudiées font appel à de grands courants. On se doit de vérifier le cas limite, celui où le courant électrique est directement injecté dans l'échantillon. L'échantillon est chauffé par un champ électrique azimutal et on illustre le principe à la figure 3.14b. Ainsi, si un montage à base de champ magnétique nécessitait des courants supérieurs à ce cas limite, il faudrait envisager la simplicité du champ électrique azimutal. Par le calcul suivant,

$$R_{acier} = \frac{1}{4} \frac{\rho_e \pi D}{\pi d_0^2/4} = \frac{1}{4} \frac{(27.3 \mu\Omega \cdot cm)(\pi 45 \text{ mm})}{\pi (2.5 \text{ mm})^2} = 0.5 \text{ m}\Omega \quad (\text{C.1})$$

$$I = \sqrt{\frac{P}{R_{acier}}} = \sqrt{\frac{100 \text{ W}}{0.5 \text{ m}\Omega}} = 447 \text{ A} , \quad (\text{C.2})$$

on voit qu'un grand courant est nécessaire pour obtenir 100 W au cours de la chauffe, mais il est tout de même accessible avec les installations du laboratoire.

Il est assez simple de générer un courant de cette amplitude à l'aide d'un transformateur variable – comme primaire – avec un seul tour au secondaire. Une alimentation de 120 V et un primaire de 335 tours fourniraient une tension de 0.36 V au secondaire. Ceci représente un courant de 447 A lorsqu'on considère 0.3 mΩ pour l'enroulement secondaire en cuivre en série avec l'échantillon à 0.5 mΩ. Un ou deux câbles de calibre 0 pourraient amener le courant vers l'échantillon. Un second type de fil, plus fin et sans gaine, assurerait le contact avec l'échantillon. Si on garde la définition de la densité de courant maximale définie à la section A.4, ce fil devrait avoir 2.86 mm de diamètre. En appliquant cette même limite de densité de courant à l'interface cuivre-acier, un contact s'étalant sur 5 mm de largeur permettrait 5.5 kA. Le contact électrique se ferait sur tout le périmètre de la section ayant un rayon de 2.5 mm. À cette analyse, il faudrait ajouter la résistance de contact qui générerait beaucoup de chaleur.

Puisque la résistance de l'échantillon R_{acier} est très faible, les courants nécessaires sont très grands. Ceci engendre beaucoup de pertes dans les câbles d'alimentation de courants. En augmentant la fréquence, il est possible d'augmenter la résistance effective de l'échantillon par effet de peau tout en limitant cette augmentation dans des câbles appropriés. Cette méthode est aussi utilisée dans la chauffe par champ magnétique azimutal. Pour l'échantillon d'acier, les mesures d'analyseur d'impédance sont sous le niveau de bruit et elles ne sont

pas concluantes. On emploie plutôt le modèle d'effet de peau présenté à la section 2.1.5. En considérant les propriétés et les dimensions de l'échantillon d'acier, on calcule la résistance de tout son périmètre. Cette valeur affichée est donc 4 fois plus grande que la résistance de ses deux branches en parallèle, soit $0.5 \text{ m}\Omega$ à basse fréquence et $7.5 \text{ m}\Omega$ à 100 kHz . Selon ces valeurs, l'amplificateur utilisé pour les mesures magnétiques n'est pas adapté. Il est aussi à noter que l'augmentation de la résistance par effet de peau est moins importante lorsque la conductivité ou la perméabilité diminuent. Il serait alors impraticable de chauffer au-delà du point de Curie. Somme toute, il serait préférable d'employer un transformateur pour cette application.

C.3 Chauffe par champ magnétique axial

Dans ce troisième cas, on fait appel à une troisième bobine, indépendante de l'échantillon, pour créer le champ magnétique de chauffe, identifié à la figure 3.14c. L'orientation de la bobine de chauffe est telle que la densité de flux magnétique traverse l'anneau d'acier qu'est l'échantillon. Il s'agit d'une boucle d'un tour, court-circuitée sur elle-même, dans laquelle une tension V_2 est induite. Le circuit magnétique se fait dans l'air, il n'y a pas de cœur ferromagnétique. Le problème, implique d'optimiser la puissance transmise P selon

$$\begin{aligned} V_2 &= N_0 \left(-\frac{dB}{dt} S \right) \\ &= -\mu_0 \omega H(\omega) \cdot \pi D^2 / 4 \\ P &= \frac{V_2(\omega)^2}{R(\omega)}, \end{aligned} \tag{C.3}$$

où N_0 équivaut à l'unique boucle conductrice formée par l'échantillon fermé. Ce problème est borné par l'amplificateur utilisé : V_{max} et I_{max} . Pour maximiser le champ magnétique, il est clair que le courant doit être maximisé en priorité. Celui-ci est directement proportionnel au champ H , donc la puissance transmise est proportionnel au carré du courant d'excitation. La fréquence, quant à elle, est aussi mise au carré par la tension induite dans le calcul de la puissance transmise, mais elle augmente aussi la résistance par effet de peau dans l'échantillon.

Ensuite, on doit déterminer le terme ωL qui respecte V_{max} par la loi d'Ohm. La bobine de chauffe la plus efficace serait composée d'un seul tour avec un maximum de courant. En ajoutant un deuxième tour, forcément plus éloigné sur l'axe, le champ magnétique n'est pas parfaitement doublé. Cette diminution de la contribution au champ magnétique à l'origine est proportionnelle au carré de la distance. En contrepartie, l'inductance totale est plus du

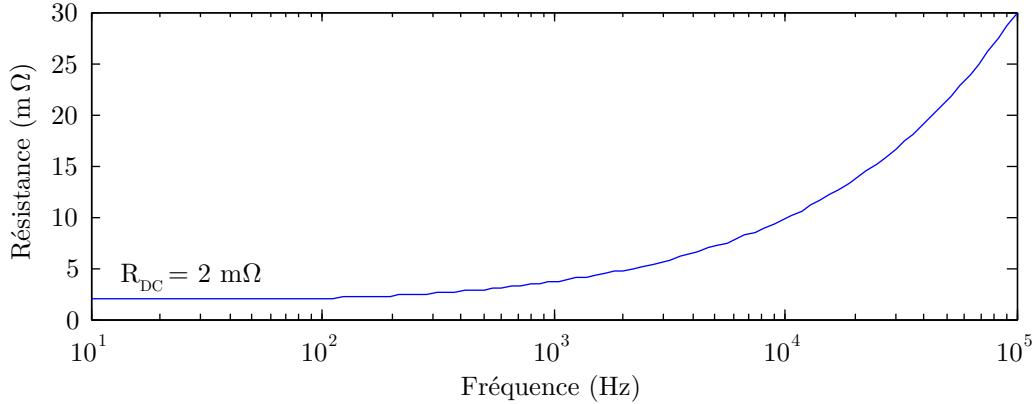


Figure C.2 Augmentation de la résistance effective en fonction de la fréquence pour un échantillon toroïdal en acier de dimensions $D = 45$ mm, $d_0 = 5$ mm et de propriétés $\rho = 27.3 \mu\Omega\cdot\text{cm}$, $\mu_r = 200$.

double, car l'inductance mutuelle entre les deux spires s'ajoute à l'inductance des deux spires individuellement. L'analyse est similaire pour un deuxième tour sur le même plan : on obtient une augmentation relative plus rapide de l'inductance que du champ magnétique.

L'idéal est alors d'augmenter la fréquence jusqu'à concurrence du ωL limitant, ainsi que de la plage dynamique de l'amplificateur. Dans notre cas, on peut ajouter un troisième critère : la chauffe volumique. Pour éviter les points chauds en surface lors d'une chauffe, on préfère réduire la fréquence est obtenir une chauffe plus uniforme dans le volume de l'échantillon. On pose la contrainte arbitraire que la majorité de la chauffe doit avoir lieu sur plus du quart du volume de l'échantillon toroïdal de diamètre de section d_0 , tel qu'illustre à la figure C.3. Par cette limite, la profondeur de peau δ ne doit pas être inférieure à $(1 - \sqrt{3/4}) d_0/2$; i.e.

$$\begin{aligned}
 \frac{d_0^2 - (d_0 - 2\delta)^2}{d_0^2} &= 1/4, \\
 1 - (1 - 2\delta/d_0)^2 &= 1/4, \\
 \sqrt{3/4} &= 1 - 2\delta/d_0, \\
 \delta &= (1 - \sqrt{3/4}) d_0/2. \tag{C.4}
 \end{aligned}$$

Ce terme se traduit en une fréquence limite de 3 kHz lorsque $d_0=5$ mm, $\rho_e=27.3 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ et $\mu_r=200$. Il est à noter que la profondeur de peau peut être augmentée en opérant dans une zone saturée de la courbe d'hystérésis correspondant à une perméabilité relative unitaire. Ceci requiert un champ magnétique DC superposé, provenant d'une source supplémentaire.

Pour une résistivité de 100 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ (acier à 950°C) et une perméabilité relative unitaire au

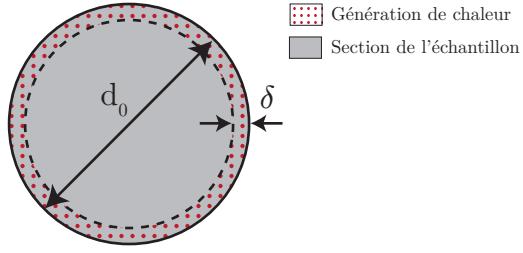


Figure C.3 Section de l'échantillon toroïdal de diamètre d_0 , avec illustration à l'échelle de la profondeur de pénétration δ associée à l'effet de peau et qui correspond au quart de la section totale. Cette région d'épaisseur δ correspond approximativement à la zone de chauffe.

centre de l'anneau, l'amplitude du champ nécessaire pour transmettre 100 W à 3 kHz est de 1.43 kA/m. Cette valeur représente le champ magnétique effectif au centre de la boucle, soit la différence entre le champ de la bobine de chauffe $H_x(0, x_i)$ et le champ H_{ind} créé par le courant induit dans l'échantillon :

$$H_{eff} = \left(\sum_i^{N \text{ tours}} H_x(0, x_i) \right) - H_{ind} \quad (\text{C.5})$$

où

$$H_x(0, x) = \frac{I}{2} \frac{r^2}{(r^2 + x^2)^{3/2}} \quad (\text{C.6})$$

selon Fiorillo (2004) et

$$|H_{ind}| = \frac{V_2/R}{2} \frac{D^2/4}{(D^2/4 + 0^2)^{3/2}} = \frac{V_2}{RD} . \quad (\text{C.7})$$

Le calcul considère que l'échantillon est un circuit essentiellement inductif, une hypothèse conservatrice qui sous-estime la valeur du champ total. Les deux champs sont alors en phase et en sens opposé, illustré par le signe négatif à l'équation C.5. On peut travailler avec leur norme uniquement.

Le résultat de l'équation C.5 est obtenu avec une méthode itérative explicite et amortie. La bobine de chauffe doit fournir un champ de 5.83 kA/m. Ceci représente 5 tours de 10 cm de rayon, 7 mm d'épaisseur et une alimentation allant jusqu'à 280 A (éq. C.6). Un gain possible sur l'inductance (et sur l'amplitude du champ) est obtenu par la réduction du rayon de cette bobine de chauffe. Il faut toutefois gérer l'échauffement du cuivre. À ces fréquences, l'effet de peau dans le cuivre encourage une de deux approches, soit l'utilisation de plus petits brins isolés entre eux et mis en parallèle (fil de Litz), ou soit un tuyau de cuivre en tant

que conducteur, dans lequel de l'eau circule en guise de refroidissement. Puisque le but est de chauffer une pièce à 900°C, l'isolation thermique doit être suffisante et ceci est un défi. L'isolation électrique de la bobine de chauffe se détériore rapidement dans le cas contraire. Pour un tuyau refroidi à l'eau, il faut accepter de gérer les dangers reliés à la présence d'eau dans un laboratoire électrique, de même que la pureté de cette eau.

Pour obtenir une bobine de chauffe plus compacte, plusieurs options ont été explorées. L'objectif était de créer un espace pour soit absorber, soit évacuer la chaleur provenant de l'échantillon isolé thermiquement. Une coquille en céramique, en béton ou en plâtre peut emmagasiner beaucoup d'énergie avant d'atteindre des températures dommageables pour le fil conducteur et elle peut favoriser le refroidissement des spires par convection en étant distancée des spires.

C.4 Chauffe par champ magnétique azimutal

Pour avoir une idée de la puissance transmise à l'échantillon, on fait appel au modèle de Bertotti :

$$W = W_h + W_{cl} + W_{exc} . \quad (\text{C.8})$$

Pour simplifier l'analyse, car l'objectif n'est que d'obtenir une approximation, on néglige les pertes excédentaires W_{exc} . De plus, on considère l'hypothèse de la magnétisation binaire. Elle ne peut prendre que deux valeurs : soit saturée, i.e. le champ magnétique dépasse H_{sat} , ou soit nulle à faible champ. Les pertes par hystérésis sont approximées par le parallélogramme formé du champ coercitif H_c et de la densité de flux rémanente B_r . Elles sont exprimées directement en Watt, considérant le nombre de cycles par seconde et le volume de la couche saturée :

$$W_h = (2B_r 2H_c) f V . \quad (\text{C.9})$$

Dans un matériau modélisé comme étant parfaitement homogène, les pertes classiques sont liées aux courants de Foucault où le déplacement des parois de Bloch se fait sans entrave par des points d'ancrages. Un développement considérant des laminations d'épaisseur d_l , de résistivité ρ_e et traversé d'une densité de flux uniforme B_{sat} approxime les pertes classiques en surface :

$$P_{cl} = \left(\frac{\pi^2}{6} \frac{B_{sat}^2 d_l^2 f}{\rho_e} \right) f \frac{V}{2} . \quad (\text{C.10})$$

On emprunte ce développement du contexte des laminations tout en considérant que $d_l/2$ représente la profondeur saturée sous la surface d_{sat} . Pour cette raison, seule la moitié du volume est calculée. La puissance n'est générée que sur une fine couche en surface du toroïde

de diamètre d'anneau D et de diamètre de section d :

$$H_{sat} = H_0 e^{-d_{sat}/\delta}, \quad (\text{C.11})$$

$$V = d_{sat}\pi \left(d - 2\frac{d_{sat}}{2} \right) \pi D, \quad (\text{C.12})$$

$$\text{et } \delta = \sqrt{\frac{2\rho}{\mu\omega}} = \sqrt{\frac{2\rho_e H_{sat}}{B_{sat} 2\pi f}}.$$

En choisissant une chauffe magnétique azimutale, on met aussi à profit les pertes résistives dans la bobine. À plus haute fréquence, l'effet de peau réduit la section efficace dans le fil de cuivre et la résistance peut devenir significative. À elle seule, la puissance résistive de $30 \text{ A}_{crête}$ est suffisante pour chauffer l'échantillon à un taux de 100 W.

C.5 Conclusion de l'annexe C

Somme toute, cette annexe conclut que chacune des quatre méthodes de chauffe présentées serait viable malgré leurs inconvénients. Alors que la fournaise traditionnelle concorde mal avec les contraintes du laboratoire, on opte pour une chauffe à l'aide d'un champ magnétique azimutal en employant la bobine d'excitation du montage magnétique et une isolation thermique faite sur mesure. Ceci concorde aussi avec l'optique de réduire la taille du montage.

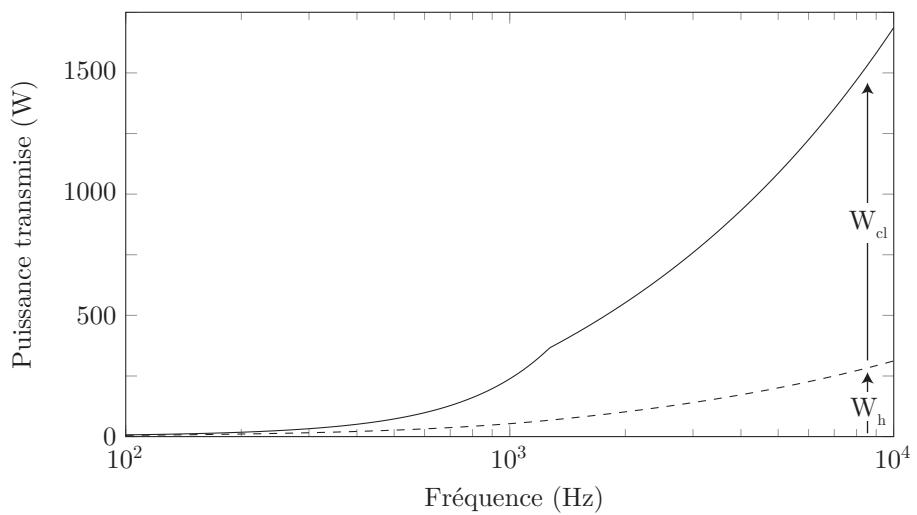


Figure C.4 La puissance transmise par induction est calculée pour une configuration de chauffe magnétique azimutale. Le modèle, développé pour les laminations prend les valeurs $B_r = 1.6$ T, $H_c = 3$ kA/m, $B_{sat} = 1.8$ T, $H_{sat} = 5$ kA/m, $\rho_e = 100 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ et $H_0 = 100$ kA/m pour un toroïde de dimensions $D = 45$ mm et $d = 5$ mm.