

Document provisoire

50376

1998

474

THESE
présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

~~Confidentiel~~

pour obtenir le titre de

DOCTEUR EN MECANIQUE

par

Laurence VIELLARD

**INFLUENCE DU MODE D'ELABORATION (FILIERE FONTE OU FILIERE
ELECTRIQUE) SUR LES CARACTERISTIQUES DES ACIERS DOUX
GALVANISES ET LAQUES EN CONTINU.**

Ecole Centrale de Lille
Laboratoire Mécanique de Lille
URA CNRS 1441

Soutenance prévue le 3 décembre 1998

Jury :	Mr BIAUSSER H.	Rapporteur
	Mr WEBER B.	Rapporteur
	Mr BERANGER G.	Examineur
	Mr DAUPHIN J. Y.	Examineur
	Mr MAEDER G.	Examineur
	Mr NAIT ABDELAZIZ M.	Examineur
	Mr NAYLOR J. P.	Examineur
	Mr DEGALLAIX G.	Directeur de Thèse

Document provisoire

THESE
présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

pour obtenir le titre de

DOCTEUR EN MECANIQUE

par

Laurence VIELLARD

**INFLUENCE DU MODE D'ELABORATION (FILIERE FONTE OU FILIERE
ELECTRIQUE) SUR LES CARACTERISTIQUES DES ACIERS DOUX
GALVANISES ET LAQUES EN CONTINU.**

Ecole Centrale de Lille
Laboratoire Mécanique de Lille
URA CNRS 1441

Soutenance prévue le 3 décembre 1998

Jury :	Mr BIAUSSER H.	Rapporteur
	Mr WEBER B.	Rapporteur
	Mr BERANGER G.	Examinateur
	Mr DAUPHIN J. Y.	Examinateur
	Mr MAEDER G.	Examinateur
	Mr NAIT ABDELAZIZ M.	Examinateur
	Mr NAYLOR J. P.	Examinateur
	Mr DEGALLAIX G.	Directeur de Thèse

INFLUENCE DU MODE D'ELABORATION (FILIERE FONTE OU FILIERE ELECTRIQUE) SUR LES CARACTERISTIQUES DE L'ACIER DOUX GALVANISE ET LAQUE EN CONTINU.

INTRODUCTION

1

1ère PARTIE : Présentation du processus industriel et des contrôles associés

I - DESCRIPTION DU PROCEDE DE GALVANISATION ET PRELAQUAGE EN CONTINU ET DES CONTROLES DES PROPRIETES MECANQUES DES TOLES REVETUES	4
I. 1 - LE DÉCAPAGE	4
I. 2 - LE LAMINAGE A FROID	5
I. 3 - LE RECUIT	5
I. 4 - LA GALVANISATION	6
I. 5 - LE PRELAQUAGE	6
I. 6 - LES CONTRÔLES DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES TÔLES REVETUES	7
I. 61 - L'essai de traction	7
I. 61. 1 - Rappel sur les caractéristiques mécaniques mesurées par l'essai de traction	
I. 61. 2 - Méthode opératoire	
I. 62 - Les autres contrôles mécaniques	9
I. 62. 1 - La dureté Rockwell	
I. 62. 2 - L'essai de pliage simple	
I. 62. 3 - L'essai d'emboutissage Erichsen	
II- ANALYSE CRITIQUE POUR UNE MEILLEURE EXPLOITATION DE L'ESSAI DE TRACTION	11
II. 1 - INFLUENCE DU MODE DE PREPARATION DES ÉPROUVETTES SUR LES RÉSULTATS DES ESSAIS DE TRACTION	13
II. 11 - Le fraisage	14
II. 11. 1 - Description des outillages utilisés	
II. 11. 2 - Observations des tranches des éprouvettes fraisées	
II. 11. 3 - Observations après rupture par traction	
II. 11. 4 - Caractéristiques mécaniques obtenues avec les éprouvettes fraisées	

II. 12 - Le poinçonnage	18
II. 12. 1 - Description de l'outillage utilisé	
II. 12. 2 - Observations des tranches des éprouvettes poinçonnées	
II. 12. 3 - Observations après rupture par traction	
II. 12. 4 - Caractéristiques mécaniques obtenues avec les éprouvettes poinçonnées	
II. 13 - La découpe par laser	23
II. 13. 1 - Description de la technique	
II. 13. 2 - Observations des tranches des éprouvettes découpées par laser	
II. 13. 3 - Observations après rupture par traction	
II. 13. 4 - Caractéristiques mécaniques obtenues avec les éprouvettes découpées par laser	
II. 14 - La découpe par jet d'eau	26
II. 14. 1 - Description de la technique	
II. 14. 2 - Observations des tranches des éprouvettes découpées au jet d'eau	
II. 14. 3 - Observations après rupture par traction	
II. 14. 4 - Caractéristiques mécaniques obtenues avec les éprouvettes découpées par jet d'eau	
II. 15 - La découpe par électroérosion à fil	29
II. 15. 1 - Description de la technique	
II. 15. 2 - Observations des tranches des éprouvettes découpées par électroérosion à fil	
II. 15. 3 - Observations après rupture par traction	
II. 15. 4 - Caractéristiques mécaniques obtenues avec les éprouvettes découpées par électroérosion à fil	
II. 16 - Synthèse sur les différents modes de préparation des éprouvettes de traction	32
II. 2 - L'ESSAI DE TRACTION APPLIQUE A LA QUALIFICATION DE L'APTITUDE A LA MISE EN FORME DES TOLES MINCES	35
II. 21 - Introduction	35
II. 22 - Les essais spécifiques à différentes mises en forme	37
II. 22. 1 - La déformation par pliage et profilage	
II. 22. 2 - Les essais d'emboutissage simulatifs	
II. 22. 3 - L'essai de traction appliqué à la mise en forme	
II. 22. 31 - Le coefficient d'anisotropie r	
II. 22. 32 - Le coefficient d'écrouissage n	
II. 23 - Traction sur des tôles minces en aciers doux en fonction de leur aptitude au formage	43
II. 23. 1 - Influence du sens de prélèvement de l'éprouvette sur les résultats de l'essai de traction	
II. 23. 2 - Mesure des critères d'emboutissage r, n	
II. 23. 21 - Résultats obtenus par la méthode normalisée	
II. 23. 22 - Résultats obtenus par une méthode simplifiée	
II. 24 - Conclusion	52
CONCLUSION DE LA 1 ^{ère} PARTIE	53
BIBLIOGRAPHIE	54

**2^{ème} PARTIE : Impact de l'acier filière électrique à chaque étape du
process de MYRIAD**

I - L'ACIER DOUX ELABORE PAR LA FILIERE ÉLECTRIQUE	57
I. 1 - ELABORATION DE L'ACIER ET PERSPECTIVES POUR LA FILIÈRE ÉLECTRIQUE	57
I. 11 - La filière fonte : élaboration de l'acier à partir du minerais	
I. 12 - La filière électrique : élaboration de l'acier à partir de la ferraille	
I. 2 - LES FERRAILLES COMME MATIÈRE PREMIÈRE	59
I. 21 - Les défis de l'environnement	
I. 22 - Description des ferrailles et conséquences pour la filière électrique	
I. 23 - Référentiel ferrailles et chasse aux impuretés	
I. 3 - IMPACT DE LA FILIERE D'ELABORATION DE L'ACIER SUR LA COMPOSITION CHIMIQUE	64
II - CONSEQUENCES DE L'EMPLOI DE L'ACIER FILIERE ELECTRIQUE A CHAQUE ETAPE DU PROCESS DE MYRIAD	65
II. 1 - MODIFICATION DE LA CALAMINE ET INFLUENCE SUR LE DÉCAPAGE	65
II. 11 - L'oxydation à chaud : revue bibliographique	65
II. 11. 1 - L'oxydation à chaud du fer	
II. 11. 2 - Comportement des éléments d'addition	
II. 11. 3 - Influence des éléments résiduels	
II. 12 - Analyses de la calamine des aciers filière électrique	69
II. 12. 1 - Présentation de l'étude	
II. 12. 2 - Résultats	
II. 13 - Influence sur le décapage des aciers filière électrique	72
II. 2 - FRAGILITÉ DE L'ACIER APRÈS LAMINAGE A FROID	73
II. 21 - Ecrouissage de l'acier	73
II. 21. 1 - Rappel sur l'écrouissage	
II. 21. 2 - Mesure de l'écrouissage par l'essai de traction	
II. 21. 3 - Mesure de l'écrouissage par diffraction X	
II. 22 - Fragilité après écrouissage des aciers filière électrique	79
II. 3 - DIFFICULTÉS DU RECUIT DE RECRISTALLISATION	81
II. 31 - Influence des éléments résiduels sur la recristallisation : synthèse bibliographique	81
II. 31. 1 - Rappel sur la recristallisation	
II. 31. 2 - Influence des éléments résiduels sur la recristallisation	

II. 32 - Effet des éléments résiduels sur le recuit : étude expérimentale	83
II. 32. 1 - Influence du couple temps - température sur le recuit	
II. 32. 2 - Influence du taux de réduction sur la recristallisation	
II. 32. 3 - Influence de la composition chimique de l'acier sur la recristallisation	
II. 33 - Conséquence pour MYRIAD	87
II. 4 - APTITUDE À LA GALVANISATION	88
II. 41 - Chimie de surface des tôles minces recuites en continu	88
II. 42 - Conséquence pour la galvanisation	89
II. 5 - VIEILLISSEMENT APRÈS LAQUAGE	89
II. 51 - Rappel sur le vieillissement	89
II. 52 - Conséquence sur le produit final	92
II. 6 - PROPRIETES MECANQUES FINALES DE L'ACIER FILIÈRE ÉLECTRIQUE	93
II. 61 - Influence des éléments résiduels sur les propriétés mécaniques de l'acier synthèse bibliographique	93
II. 62 - Adoucissement de l'acier filière électrique par le bobinage haute température	96
II. 63 - Conséquence pour le process de MYRIAD	99
III - ETUDE STATISTIQUE DES CARACTERISTIQUES MECANQUES DE TOLES GALVANISEES ET LAQUEES. COMPARAISON ENTRE FILIERE FONTE ET FILIERE ELECTRIQUE	100
III. 1 - CONDITIONS DE L'ETUDE STATISTIQUE	101
III. 11 - Le protocole de mesure	101
III. 12 - Description de la base de données	102
III. 12. 1 - Différenciation des individus galvanisés et laqués	
III. 12. 2 - Différenciation des deux filières d'élaboration	
III. 12. 3 - Distribution des fréquences d'observation des éléments chimiques pour les deux filières d'élaboration confondues	
III. 2 - ETUDE STATISTIQUE	107
III. 21 - Analyse de la distribution de fréquences d'observation des caractéristiques mécaniques pour chacune des deux filières	107
III. 21. 1 - Cas des tôles galvanisées	
III. 21. 2 - Cas des tôles après laquage	
III. 21. 3 - Synthèse	
III. 22 - Evolution moyenne des caractéristiques mécaniques en fonction du taux de réduction pour chacune des filières	113
III. 22. 1 - Caractéristiques mécaniques des tôles galvanisées	
III. 22. 2 - Caractéristiques mécaniques des tôles après laquage	

III. 23 - Etude de la régression liant les caractéristiques mécaniques à la composition chimique et au taux de réduction	118
III. 23. 1 - Conditions d'analyse et régression linéaire	
III. 23. 2 - Calcul des lois de régression	
III. 23. 3 - validation des lois de régression par comparaison avec les résultats expérimentaux	
III. 24 - Analyse métallurgique des résultats de l'étude statistique	122
III. 24. 1 - Cas de l'acier galvanisé	
III. 24. 2 - Cas de l'acier laqué	
III. 25 - Synthèse de l'étude statistique	128
CONCLUSION DE LA 2^{ème} PARTIE	129
BIBLIOGRAPHIE	130
CONCLUSION GENERALE	134
ANNEXE	138
Rappels des principes de la statistique	

INTRODUCTION

*" et peut-être une révélation :
imaginons que la vie ne soit pas tout à fait ce qu'on croit,
imaginons qu'elle soit beaucoup plus étonnante".*

Didier Decoin

INTRODUCTION

Lorsque nous avons fait le choix du sujet de thèse, je travaillais depuis deux ans à la FFM, devenue depuis MYRIAD, comme ingénieur recherche et m'intéressais plus particulièrement aux différents aspects métallurgiques des tôles minces en acier utilisées pour la galvanisation et le laquage en continu. A cette époque, notre principal fournisseur d'acier avait fait un choix stratégique d'investissement pour le remplacement futur de son haut-fourneau par un four électrique pour l'élaboration de l'acier. Ce choix s'inscrivait dans une logique économique qui s'est confirmée depuis, à savoir que la rentabilité d'un haut fourneau ne peut être assurée que pour une localisation côtière de l'installation. L'implantation géographique de son site de production en pleine terre à 200 km de la mer et la recherche de flexibilité de production jouaient en faveur d'un four électrique.

Les informations que nous avons alors sur les aciers de la filière électrique élaborés à partir des ferrailles laissaient présager des niveaux en éléments résiduels (cuivre, nickel, chrome) de l'ordre de 0,4 à 0,5% et en azote de plus de 0,012%. Le comportement de tels aciers lors de la transformation par les différents outils de production de MYRIAD (décapage, laminage à froid, galvanisation et laquage) pouvait-il introduire des changements voire des risques pour la production ? De plus, il était évident que les propriétés mécaniques finales des tôles galvanisées et laquées ne pouvaient être identiques à l'ensemble de la production issue de la filière fonte à laquelle nous étions habitués. La bibliographie, quoique abondante, ne répondait pas à toutes nos questions. Il nous a alors semblé intéressant d'accompagner le développement des aciers de la filière électrique d'une étude à long terme sur chaque étape de la transformation métallurgique des tôles minces en acier de la filière électrique au cours du processus de galvanisation et laquage en continu.

Nous allons tout d'abord présenter dans la première partie de ce mémoire l'environnement industriel dans lequel cette étude a été réalisée. Cela comprend la description des différentes étapes du processus industriel conduisant les bobines laminées à chaud à la galvanisation et au laquage en continu ainsi que les différentes techniques utilisées pour le contrôle des caractéristiques mécaniques finales des tôles minces revêtues. Dans la seconde partie, nous

allons décrire, analyser et discuter le comportement de l'acier filière électrique comparé à l'acier filière fonte au cours des différentes étapes industrielles. C'est ainsi que nous verrons l'impact de l'acier filière électrique sur :

- l'aptitude au décapage,
- le comportement au laminage à froid,
- le recuit de recristallisation,
- la galvanisation,
- le vieillissement de l'acier.

Nous verrons enfin, grâce à une étude statistique sur un échantillonnage important de résultats issus de l'essai de traction pratiqué en production et couvrant une année de production d'acier galvanisé et laqué, l'influence des critères taux de réduction et composition chimique sur les caractéristiques mécaniques des tôles minces revêtues.

1^o PARTIE :

Présentation du processus industriel et des contrôles associés

I - DESCRIPTION DU PROCÉDE DE GALVANISATION ET PRELAQUAGE EN CONTINU ET DES CONTROLES DES PROPRIETES MECANIQUES DES TOLES REVETUES

I. 1 - LE DECAPAGE

I. 2 - LE LAMINAGE A FROID

I. 3 - LE RECUIT

I. 4 - LA GALVANISATION

I. 5 - LE PRELAQUAGE

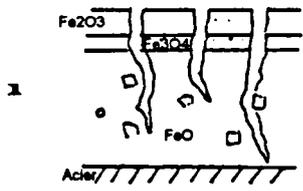
I. 6 - LES CONTROLES DES PROPRIETES MECANIQUES DES TOLES REVETUES

II- ANALYSE CRITIQUE POUR UNE MEILLEURE EXPLOITATION DE L'ESSAI DE TRACTION

II. 1 - INFLUENCE DU MODE DE PREPARATION DES EPROUVETTES SUR LES
RESULTATS DES ESSAIS DE TRACTION

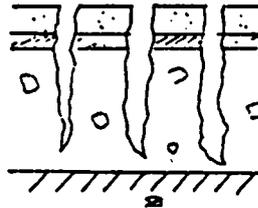
II. 2 - L'ESSAI DE TRACTION APPLIQUE A LA QUALIFICATION DE L'APTITUDE AU
FORMAGE DES TOLES MINCES

CONCLUSION DE LA 1^oe PARTIE

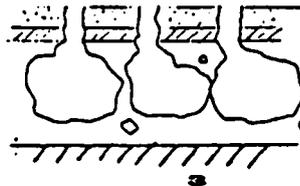


Franchissement par l'acide des oxydes supérieurs insolubles à l'échelle de la durée du décapage par l'intermédiaire des fissures et des pores de la calamine

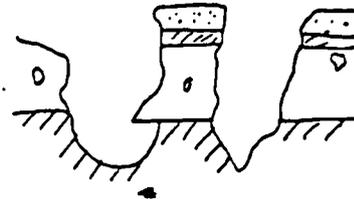
H2SO4 s'infiltré par les microfissures des oxydes externes



Attaque en ligne du protoxyde FeO en dessous de la magnétite Fe3O4 : dissolution chimique de FeO



Les oxydes supérieurs se sont détachés, l'acide atteint le métal. détachement des particules d'oxydes non passées en solution. Ils seront plus ou moins "digérés" ultérieurement par le bain.



Surface après le décapage

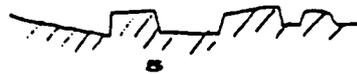


Figure 1 : Les différentes étapes du décapage acide [ARO94]

I - DESCRIPTION DU PROCÉDE DE GALVANISATION ET PRELAQUAGE EN CONTINU ET DES CONTRÔLES DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES TOLES REVETUES

MYRIAD galvanise et laque en continu des tôles minces à partir d'acier laminé à chaud à destination des marchés nationaux et internationaux du bâtiment (bardage, couverture, panneaux sandwich...) et de l'industrie générale (chemins de câbles, luminaire, mobilier...).

Une tôle mince galvanisée est constituée d'une tôle en acier doux dont l'épaisseur est inférieure à 2 mm, recouverte uniformément d'une couche de zinc déposée par immersion dans un bain de zinc liquide. Grâce à son caractère sacrificiel par rapport au fer, le revêtement de zinc protège la tôle d'acier de la corrosion. Une tôle mince prélaquée est un système constitué d'un support galvanisé, recouvert d'un traitement de surface puis d'une ou deux couches de peinture. La fabrication de ces produits dépend d'outils de production que nous allons décrire simplement dans ce chapitre.

I.1 - LE DÉCAPAGE

MYRIAD reçoit des bobines d'acier laminé à chaud dont l'épaisseur est comprise entre 2 et 3.5 mm. La surface du métal est recouverte d'une couche d'oxyde de fer d'environ 10 μm d'épaisseur. Cette couche appelée calamine se forme à la sortie du laminage à chaud et pendant le bobinage alors que la bande d'acier refroidit jusqu'à la température ambiante. Le refroidissement s'effectue en deux étapes. D'abord, la bande est refroidie brutalement sous arrosage d'eau entre la dernière cage du laminoir et le « coil box » où la bande est enroulée. La température passe de 850°C environ à 600°C en quelques secondes. Puis, la bobine refroidit naturellement pendant le stockage sous atmosphère ambiante avant d'être livrée à MYRIAD.

Le décapage est la première étape du procédé industriel mis en oeuvre par MYRIAD. Il consiste à éliminer la couche de calamine. La bobine est déroulée à l'entrée de la ligne. La bande passe alors dans le décalamineur qui fissure la couche de calamine en opérant une flexion alternée de la tôle. Elle passe ensuite dans plusieurs bains d'acide sulfurique successifs, maintenus à 95°C. Comme on peut le voir sur les schémas de la *figure 1*, l'acide pénètre à travers les fissures créées par le décalaminage et réagit avec le métal de base. La

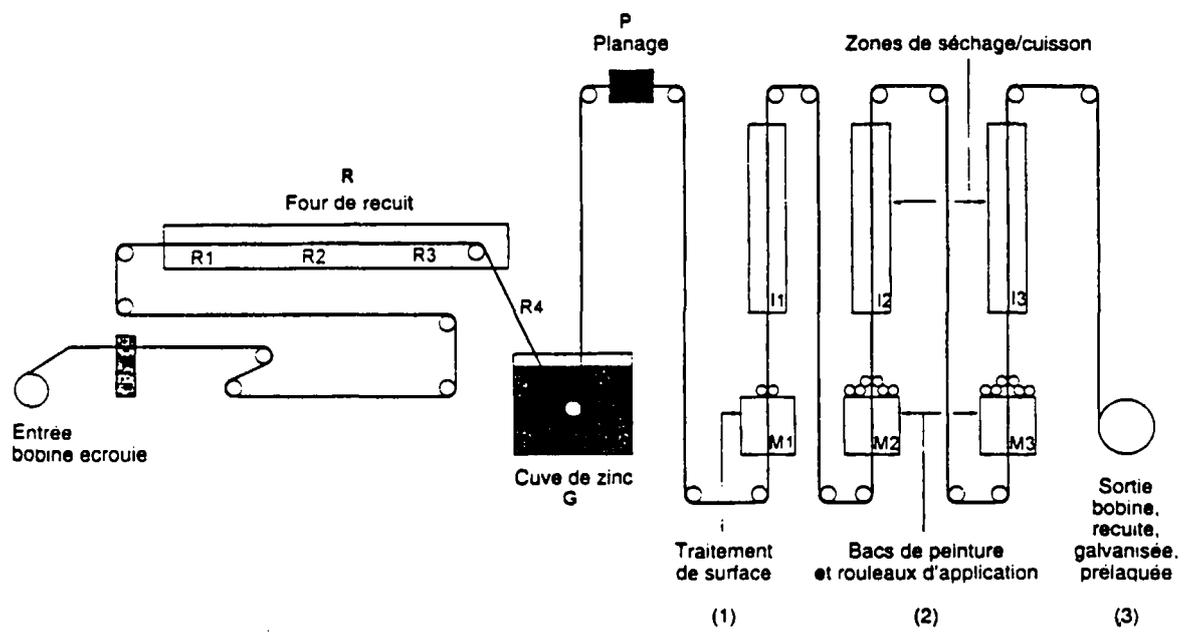


Figure 2 : Schéma simplifié d'une ligne de galvanisation et laquage en continu [CET95]

réaction chimique génère un dégagement d'hydrogène qui aide au décollement de la calamine. Le temps d'action de l'acide dépend de la vitesse de défilement de la bande dans les bacs et varie entre 30 secondes et 1 minute suivant la difficulté à décaper l'acier. Le conducteur de la ligne détermine la vitesse de passage de la bande en fonction de l'aspect visuel de la surface de la bande en sortie des bains. La bande traverse ensuite des bacs de lavage et rinçage à l'eau puis est séchée à l'air. Avant d'enrouler la bobine, les rives sont cisailées afin d'obtenir la largeur définie à la commande.

I. 2 - LE LAMINAGE A FROID

Les bobines décapées sont acheminées vers le laminoir à froid réversible Sendzimir. L'opération de laminage consiste à réduire l'épaisseur de la bande par passes successives entre deux cylindres de travail. Le nombre de passes varie entre 3 et 7 en fonction des épaisseurs initiale et finale à atteindre. La déformation s'effectue à température ambiante sous un arrosage permanent d'émulsion d'huile lubrifiant et refroidissant l'interface bande-cylindre. L'acier est alors dit écroui.

La gamme de réduction des épaisseurs est comprise entre 40% et 85%. Cette large fourchette de taux de réduction donne une très grande flexibilité de production, puisqu'à partir d'un nombre très réduit d'épaisseurs de bandes laminées à chaud. MYRIAD propose toutes les épaisseurs de tôles minces comprises entre 0.3 et 2 mm.

Ces bobines écrouies alimentent les deux lignes de galvanisation et laquage en continu.

I. 3 - LE RECUIT

Le recuit est la première étape importante d'une ligne de galvanisation et laquage en continu schématisée de façon simplifiée sur la *figure 2*. La bande d'acier écroui, considérée comme dure et cassante suite à la déformation imposée au laminoir à froid, passe dans le four de recuit situé au début de la ligne (R). La première zone du four (R1), sous atmosphère légèrement oxydante assure le craquage de l'huile présente en surface des bandes laminées à froid. La montée en température se poursuit dans la zone suivante (R2) sous atmosphère réductrice. Il consiste à porter l'acier jusqu'à 780°C pour assurer la recristallisation du métal. Dans la dernière zone du four (R3), la tôle est refroidie afin de pénétrer dans la cuve

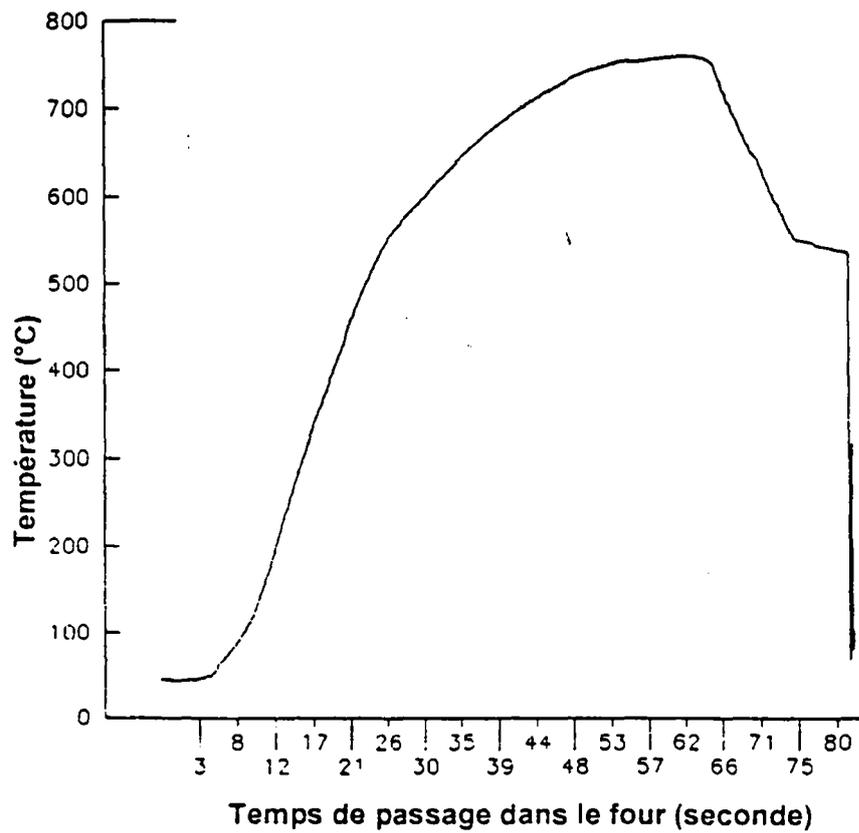


Figure 3 : Cycle thermique du recuit de recristallisation pour une ligne industrielle en continu

de galvanisation (G) à la même température que le bain de zinc liquide. L'ensemble du cycle thermique de recuit est repris par la *figure 3*. Le maintien sous atmosphère réductrice assure une bonne réactivité de la surface pour la galvanisation.

I. 4 - LA GALVANISATION

La bande est maintenue sous atmosphère protectrice (R4) jusqu'à son entrée dans le bain de zinc (G). Lorsque la bande sort du bain de galvanisation (G), elle est recouverte d'une couche de zinc liquide. On ajuste l'épaisseur du revêtement métallique par un essorage gazeux. Le revêtement de zinc se solidifie ensuite. Cette solidification est favorisée par l'action de sécheurs à air placés après la cuve de galvanisation.

L'épaisseur de zinc est définie à la commande en fonction de l'utilisation finale de la tôle galvanisée. Plus l'épaisseur de zinc déposée est importante, meilleure sera la tenue à la corrosion. Industriellement, on parle de « charge en zinc » qui varie de 100 g/m² dans le cadre d'utilisations intérieures en milieu non agressif, à 450 g/m² pour des applications en milieu fortement agressif.

Le bain de galvanisation est composé de zinc additionné d'une teneur en aluminium inférieure à 5%. L'aluminium évite la croissance d'intermétalliques fer - zinc dans la phase δ à l'interface de la tôle et du revêtement. Cet intermétallique est néfaste dans la galvanisation en continu puisque mécaniquement fragile. De plus, il réduirait fortement l'adhérence du revêtement de zinc sur la tôle et nuirait aux opérations de profilage ou d'emboutissage des tôles minces galvanisées ou prélaquées.

I. 5 - LE PRELAQUAGE

Le zinc étant solidifié, la bande arrive au niveau de la section de planage (P). Cette étape consiste à rendre à la bande une parfaite planéité en appliquant un allongement entre deux blocs en S et une pression entre cylindres. Au total, le métal subit un taux d'écrouissage de 2%. Les cylindres étant régulièrement rectifiés et grenillés, une rugosité Ra d'environ 1,5 μm est imprimée à la surface du zinc. Cette rugosité aidera à la bonne adhérence de la peinture. La surface du zinc est ensuite enduite en surface d'un produit à base de chrome au niveau de la première machine d'application (M1). Ce traitement augmente la résistance à la

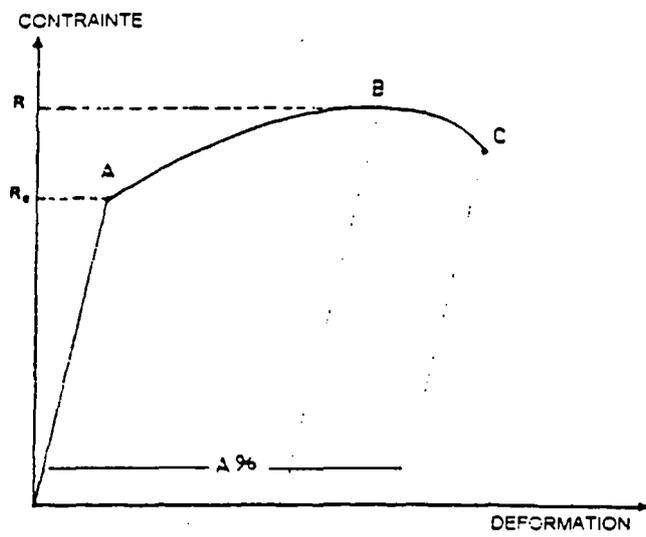


Figure 4 : Courbe contrainte - déformation idéalisée [GRU]

corrosion et améliore l'adhérence des peintures. Ces peintures sont appliquées par les machines de peinture suivantes (M2 et M3). Le traitement de surface est séché à 80°C (I1). Les peintures sont réticulées à 232°C par chauffage à induction (I2 et I3).

Dans le cas où le produit final est uniquement galvanisé, les rouleaux des machines d'application M1, M2 et M3 sont écartés de la bande et les inducteurs mis hors service.

I. 6 - LES CONTRÔLES DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES TÔLES REVÊTUES

I. 61 - L'essai de traction

Pour chaque bobine d'acier galvanisé ou prélaqué, un échantillon est prélevé en sortie de la ligne avant l'enroulement. Sur cet échantillon sont réalisés l'ensemble des contrôles nécessaires à certifier la conformité du produit avec les spécifications définies par le client, l'utilisation finale et les normes en vigueur pour les produits galvanisés et prélaqués (normes NF P 34 301 [NF301] et EN 10169/1 [EN169]).

L'essai de traction est l'une des méthodes de contrôle normalisées (norme NF EN 10002 [NF002]) utilisée pour le contrôle final des caractéristiques mécaniques des tôles revêtues.

I. 61. 1 - Rappel sur les caractéristiques mécaniques mesurées par un essai de traction

L'essai de traction a été abondamment étudié [GRU][ROC85][BIA94]. Il consiste à exercer sur les deux extrémités d'une éprouvette, une force croissante qui va la déformer progressivement puis la rompre. Les caractéristiques du matériau sont données par la courbe contrainte-déformation (*figure 4*).

Cette courbe, donnant la contrainte en fonction de la déformation appliquée à une éprouvette de traction, fait apparaître 3 phénomènes :

- de 0 à A, une zone de déformation élastique où la déformation est réversible. Au point A correspond la limite d'élasticité R_e .
- de A à B, une zone de déformation plastique, déformation permanente et homogène avec en B, la résistance à la traction R_{max} .

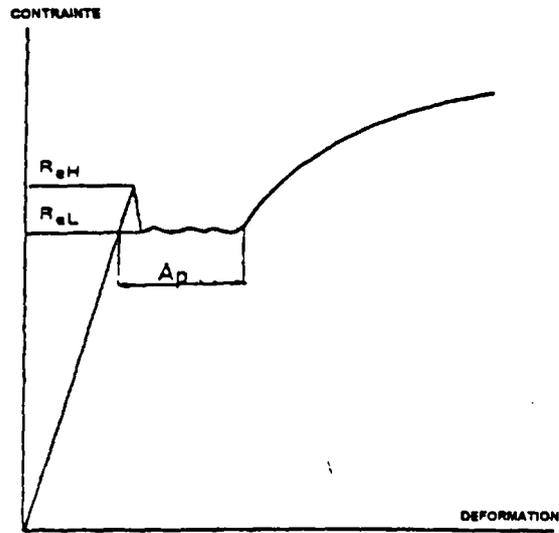


Figure 5 : Courbe de traction typique d'un acier doux [GRU]

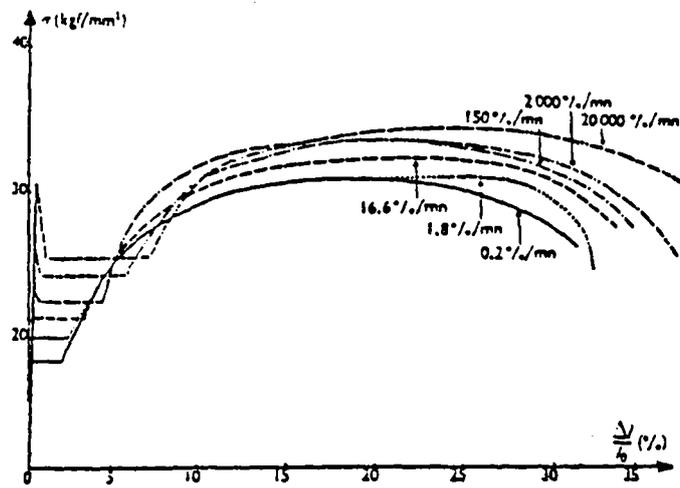


Figure 6 : Courbes de traction obtenues pour différentes vitesses de déformation pour un acier doux à 0,006 % de carbone [JAO65]

- de B à C, apparaît la striction pour laquelle la déformation se localise au voisinage d'une section de l'éprouvette où la rupture finale se produira (point C). L'allongement à la rupture $A\%$ caractérise la déformation plastique au point C.

Dans le cas des aciers doux, la courbe de traction présente un palier (*figure 5*). Il correspond à la déformation hétérogène liée au développement des bandes de Piobert-Lüders. L'apparition de la première bande s'accompagne d'une chute de la contrainte qui reste relativement constante pendant toute la durée du développement des bandes de Piobert-Lüders dans toute la partie utile de l'éprouvette. On définit alors la limite d'élasticité Re_L par la valeur minimale du palier. Au delà du palier, la courbe prend l'allure parabolique classique jusqu'à la striction. Dans le suite de ce mémoire, Re_L sera appelé Re .

I. 61. 2 - Méthode opératoire

- Machine de traction utilisée

La machine de traction utilisée est une machine électromécanique Roell Korthaus de 50 kN. Utilisée pour le contrôle du produit par MYRIAD, cette machine n'est pas équipée d'un extensomètre.

- La vitesse de déformation

De nombreux auteurs [STE80][JAO65] ont mis en évidence l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement d'un matériau. Comme le montre la *figure 6*, quand la vitesse de l'essai augmente, les caractéristiques mécaniques Re , R_{max} et longueur du palier augmentent et l'allongement à la rupture $A\%$ ainsi que le rapport Re/R_{max} diminuent.

Pour cette raison, nous avons choisi de travailler durant tout l'essai de traction à une vitesse de déplacement de la traverse constante, égale à 15 mm/min. Cette vitesse est recommandée par le mode opératoire de MYRIAD. Dans ce cas, la vitesse de déformation de la zone utile de l'éprouvette est de $1.8.10^{-2} s^{-1}$. Cette valeur est cohérente avec la norme NF EN 10002 [NF002] qui stipule que, pour la détermination de la limite inférieure d'écoulement Re_L , la vitesse de déformation doit être comprise entre $2,5.10^{-4} s^{-1}$ et $2,5.10^{-2} s^{-1}$ et que, dans la zone plastique, la vitesse de traction doit être inférieure à $8.10^{-2} s^{-1}$.

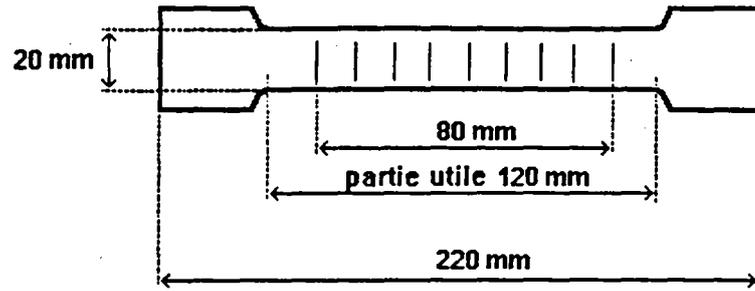


Figure 7 : Cotes de l'éprouvette de traction normalisée [NF002]

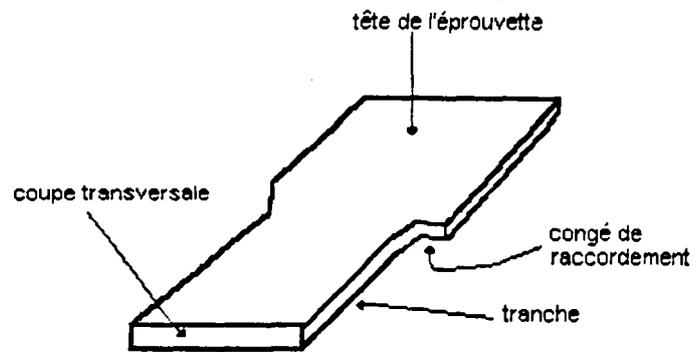


Figure 8 : Désignations

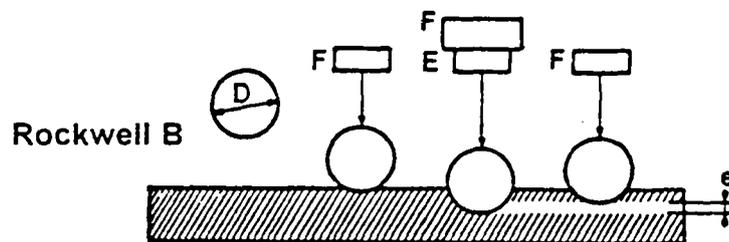


Figure 9 : Principe de l'essai de dureté Rockwell [NF025]

- La géométrie des éprouvettes

La géométrie des éprouvettes est dictée par la norme NF EN 10002 [NF002] qui s'applique aux éprouvettes dites non-proportionnelles utilisées pour la caractérisation des tôles minces. On retrouve sur la *figure 7* les dimensions principales de l'éprouvette de traction normalisée, tandis que la *figure 8* replace les différentes désignations qui seront utilisées dans la suite de ce mémoire.

En l'absence d'extensomètre, l'allongement à la rupture est déterminé, comme le précise la norme NF EN 10002 [NF002], grâce à un ensemble de 9 lignes parallèles équidistantes de 10 mm et tracées sur la partie utile de l'éprouvette pour former un repère de 80 mm, comme on peut le voir sur la *figure 7*. C'est la mesure de la longueur de ce repère après la rupture qui conduit à la détermination de A%.

I. 62 - Les autres contrôles mécaniques

Trois autres techniques d'essais sont également utilisées pour le contrôle des caractéristiques mécaniques finales des produits revêtus par MYRIAD.

I. 62. 1 - La dureté Rockwell

Cet essai est réalisé systématiquement sur chaque bobine d'acier revêtu. Il a l'avantage d'être simple, rapide et dans une certaine mesure, il permet d'apprécier la résistance à la traction. L'essai consiste, comme le montre la *figure 9*, à mesurer l'enfoncement rémanent e d'un pénétrateur (bille d'acier de diamètre 1/16^{ème} de pouce : 1,59 mm) appuyé sous faible charge E, après application d'une surcharge F dans des conditions bien précises. L'épaisseur de la pièce ou de la couche à tester ne doit pas être inférieure à 8e. En aucun cas une déformation ne doit être visible sur la face opposée à celle de la mesure. La dispersion des mesures de dureté est assez importante, aussi est-il nécessaire de réaliser la moyenne sur un minimum de trois mesures.

- l'essai de dureté Rockwell B :

Les domaines d'application et les conditions opératoires sont fixés par la norme NF A 03-170 [NF170]. La précharge F est de 98 N. La charge totale appliquée sur le pénétrateur pendant l'essai est de 980 N. La mesure de la dureté est :

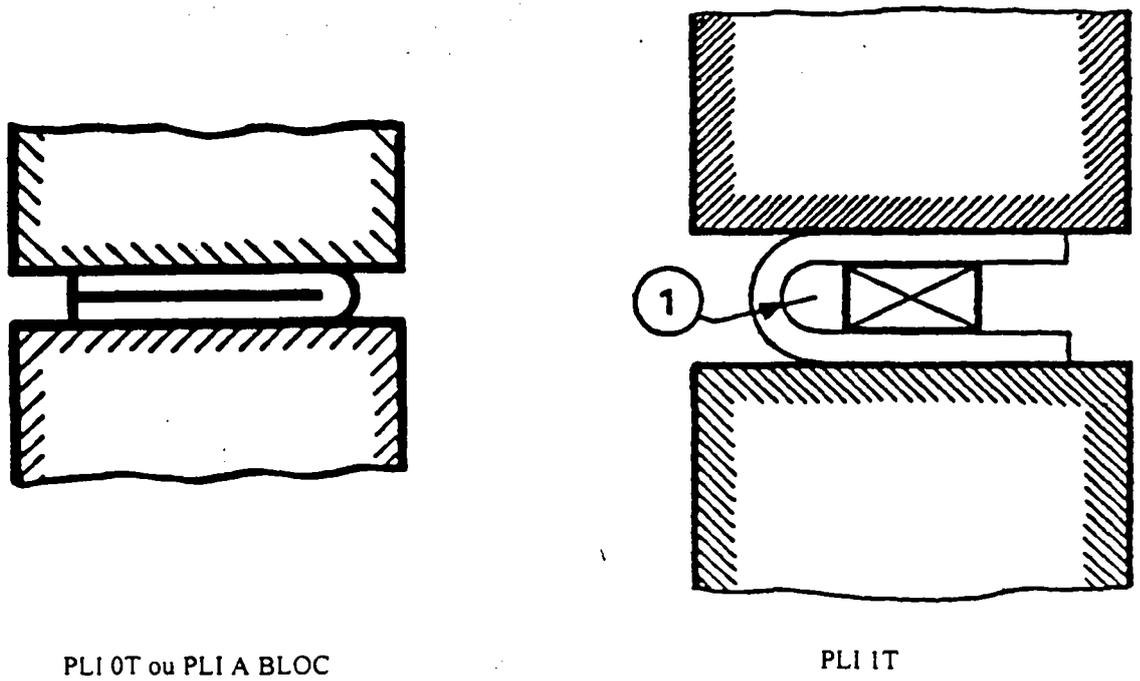


Figure 10 : Principe de l'essai de pliage simple [NF158]

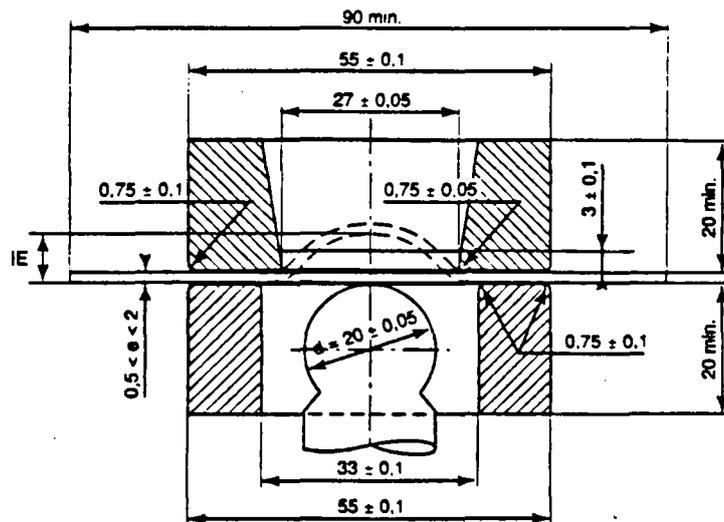


Figure 11 : Principe de l'essai d'emboutissage Erichsen [NF652]

$$\text{HRB} = 130 - e$$

avec e : enfoncement rémanent exprimé en unités égales à 0,002 mm.

- *L'essai de dureté Rockwell 30T :*

Il est utilisé pour les tôles minces dont l'épaisseur est strictement inférieure à 0,6 mm. Il est défini par la norme NF A 03-025 [NF025]. La précharge est réduite à 29 N. La charge totale en cours d'essai est de 294 N. La mesure de dureté est :

$$\text{HR30T} = 100 - e$$

avec e : enfoncement rémanent exprimé en unités égales à 0,001 mm.

Il existe des tables de conversion permettant d'exprimer les résultats en HRB.

- *La conversion dureté - résistance à la traction :*

R. ROCHE et G. MURRY [ROC85] ont établi, grâce à des milliers de mesures réalisées par l'IRSID, la corrélation dureté - résistance à la traction. Cette corrélation est vérifiée pour les valeurs mesurées en dureté Vickers uniquement et avec une dispersion assez forte.

I. 62. 2 - L'essai de pliage simple

Cet essai fait l'objet d'une normalisation NF A 03-158 [NF158]. On mesure l'angle de pliage entre les deux branches de l'éprouvette lors de l'apparition de la première crique. Les spécifications précisent que l'acier recuit doit permettre un pliage à bloc, les deux branches de l'éprouvette venant en contact (*figure 10*).

I. 62. 3 - L'essai d'emboutissage Erichsen

L'essai Erichsen est un essai d'expansion sur poinçon décrit par la norme NF A 03-652 [NF652]. L'essai consiste à enfoncer un poinçon hémisphérique dans une éprouvette de forme carrée bloquée sur une matrice ouverte. La *figure 11* schématise le principe de ce contrôle. On mesure la pénétration du poinçon au moment où apparaît la première amorce de fissure. Cette profondeur, exprimée en mm, donne un nombre appelé indice Erichsen I_E .

- Les caractéristiques de l'appareillage utilisé classiquement sont :

Force d'emboutissage : 62 kN

Force de serrage du serre-flan : 10 kN

Diamètre du poinçon : 40 mm

Vitesse maximale d'enfoncement du poinçon : 220 mm/min

Profondeur d'enfoncement maximale : 110 mm

La norme conseille une vitesse d'enfoncement du poinçon choisie entre 5 et 20 mm/s. Sur notre machine d'essai Erichsen, cette vitesse est fixée afin de s'assurer de la reproductibilité des résultats.

II. ANALYSE CRITIQUE DE L'ESSAI DE TRACTION EN VUE DE SA MEILLEURE EXPLOITATION

L'étude statistique des caractéristiques mécaniques des aciers doux élaborés par les filières fonte et électrique qui sera présentée dans la deuxième partie, est basée sur les résultats des essais de traction réalisés par les opérateurs sur les lignes. Afin de caractériser avec fiabilité les propriétés intrinsèques d'un matériau, le mode de préparation de l'échantillon et les conditions d'essai ne doivent pas influencer les résultats. Nous avons donc souhaité analyser les différents paramètres liés à la préparation des éprouvettes qui influent sur les résultats de l'essai de traction. Nous rappellerons l'influence des congés de raccordement, reliant la partie utile et les têtes de l'éprouvette, sur le facteur théorique de concentration de contrainte K_t . Nous étudierons surtout l'influence du mode de préparation des éprouvettes sur les résultats de l'essai de traction. La technique de MYRIAD qui consiste à poinçonner puis à fraiser les éprouvettes sera tout particulièrement présentée. A ce titre les observations et résultats sur les éprouvettes fraisées nous serviront de référence dans la comparaison avec les autres modes de découpe des éprouvettes, le poinçonnage simple et les techniques dites de " haute énergie " [CET95] de plus en plus utilisées aujourd'hui : découpe par laser, jet d'eau et électroérosion.

Nous décrirons précisément l'état de surface des tranches des éprouvettes suivant les différents modes de préparation. La microscopie électronique à balayage a été utilisée pour observer sur des éprouvettes non sollicitées en traction, la topographie de surface des tranches latérales et la microstructure des sections droites et, sur des éprouvettes rompues en traction, la topographie des tranches latérales et les faciès de rupture. Des mesures de rugosité des tranches complètent les observations. Quant aux changements

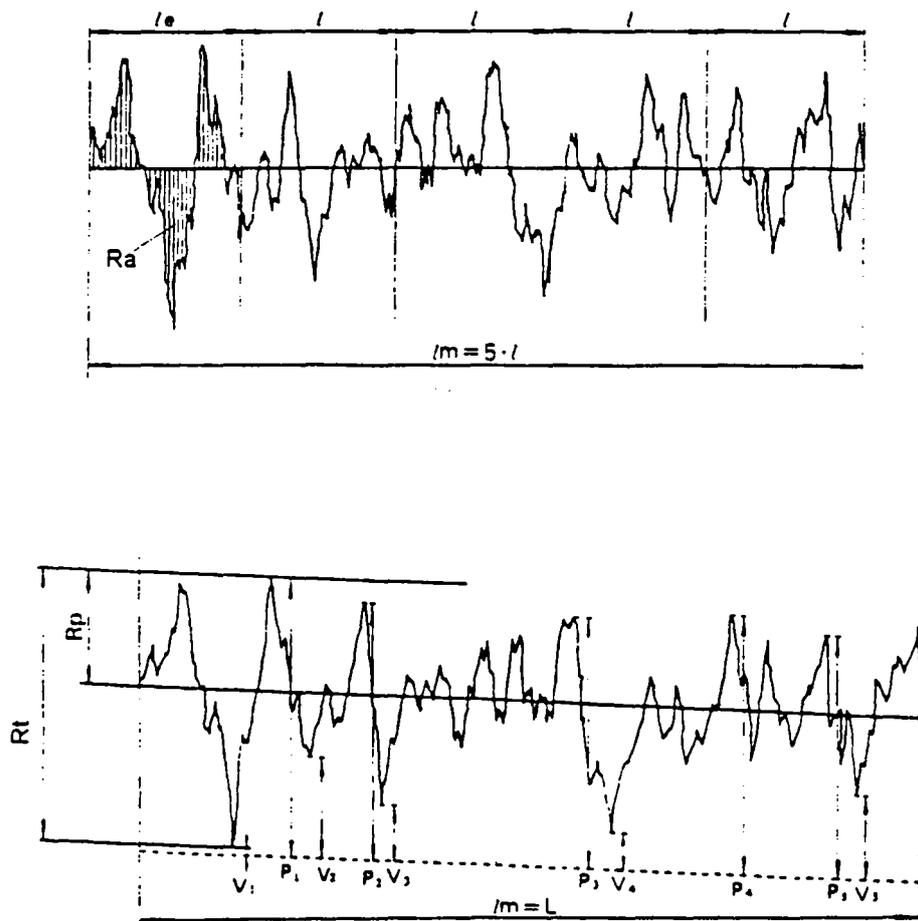


Figure 13 : Définition des critères de rugosité R_a , R_t , R_p [BLA]

structuraux de l'acier pouvant intervenir lors de la découpe, ils ont été évalués par des mesures de microdureté Vickers également effectuées sur les tranches des éprouvettes.

- Le matériau :

Pour chaque mode de préparation, quatre éprouvettes ont été réalisées dans des prélèvements (GC1, GC2 et GC3) d'acier doux galvanisé de nuance FeP02G issus de la ligne de production. Ces différents échantillons proviennent de bobines d'acier galvanisé d'épaisseur 0,6 mm dont la composition chimique est donnée par le *tableau 12*.

	C	Mn	S	P	Si	Al	Cu	Ni	Cr
Min	43	227	9	6	5	31	10	23	15
Max	44	229	11	9	6	37	12	25	17

Tableau 12 : Composition chimique des aciers utilisés pour l'analyse de l'essai de traction (en millièmes de %)

- La rugosité :

Les mesures ont été réalisées à MYRIAD grâce à un rugosimètre MITUTOYO de type SurfTest 402 à palpeur électromécanique. Tous les résultats donnés dans la suite représentent une moyenne de trois mesures. Les critères de rugosité, Ra, Rt et Rp (en μm) mesurés sur une base de 4 mm sont définis comme suit (*figure 13*) :

- Ra : écart moyen arithmétique. C'est la valeur de la moyenne arithmétique absolue des distances du profil réel à la ligne de référence.
- Rt : rugosité totale ou hauteur maximale des irrégularités. C'est la distance entre deux lignes parallèles à la surface et tangentes à la crête la plus haute et à la vallée la plus basse.
- Rp : profondeur moyenne d'aplanissement. Cette valeur donne la distance entre la ligne enveloppe extérieure du profil et la ligne moyenne obtenue après aplanissement.

- La microdureté Vickers :

Les mesures ont été réalisées à l'Ecole Centrale de Lille. Nous avons utilisé un microduromètre SOPELEM à cycle de chargement automatique, pouvant accepter des charges de 10 g à 2 kg. Toutefois, pour des raisons de reproductibilité des mesures, toutes les empreintes ont été réalisées sous une charge de 500 g. Dans ces conditions, le diamètre moyen des empreintes est de 65 μm .

ABAQUS

1/4 d'éprouvette

$n=20$

$\sigma_{max} = 535 \text{ MPa}$

$\sigma_N = 423 \text{ MPa}$

$Kt = 1,26$

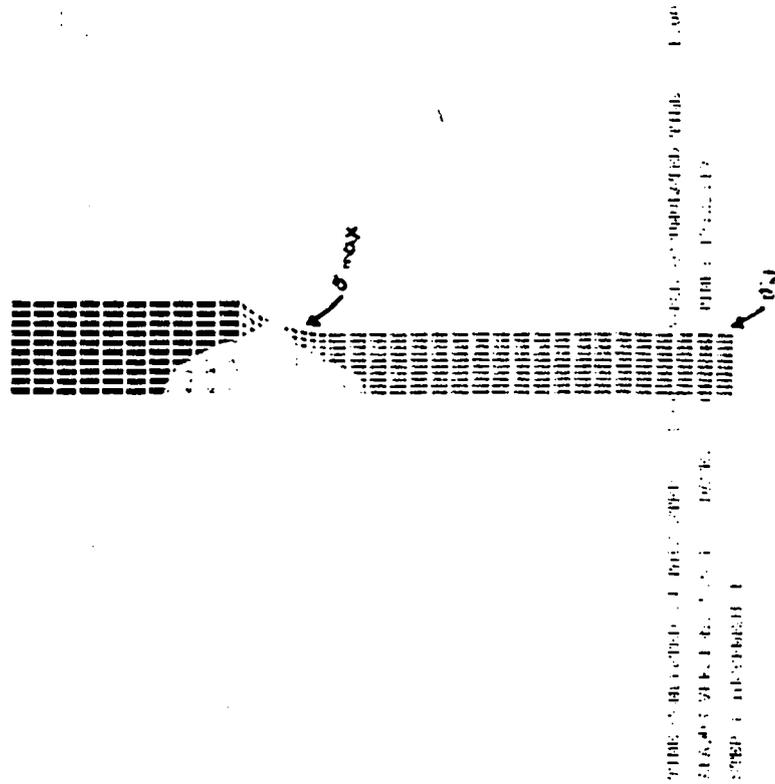
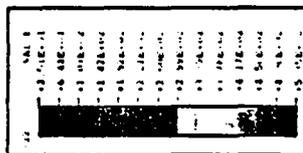


Figure 14 : Modélisation par éléments finis sous ABAQUS d'un quart d'éprouvette de traction pour un congé de raccordement de 20 mm

II. 1 - INFLUENCE DU MODE DE PREPARATION DES EPROUVETTES SUR LES RESULTATS DES ESSAIS DE TRACTION

- Détermination des K_t liés à la géométrie des congés de raccordement

Comme on le verra plus en détail par la suite, la procédure de préparation des éprouvettes généralement utilisée par MYRIAD comprend deux étapes :

- un poinçonnage à l'emporte-pièce, qui conduit à des congés de raccordement de 15 mm de rayon,
- un fraisage manuel des deux tranches jusqu'aux congés de raccordement, qui augmente le rayon de ceux-ci à 25 mm.

Les éprouvettes préparées ultérieurement par les techniques à haute énergie présentent quant à elles des congés de 20 mm.

Une modélisation par éléments finis (logiciel ABAQUS) d'un quart d'éprouvette a été réalisée afin de quantifier le coefficient théorique de concentration de contrainte K_t correspondant à ces trois valeurs de congés de raccordement : 15, 20 et 25 mm. La *figure 14* donne à titre d'exemple les isocontraintes obtenues dans le cas d'un congé de 20 mm. On obtient les K_t suivants :

$$r = 15 \text{ mm} \quad K_t = 1,33$$

$$r = 20 \text{ mm} \quad K_t = 1,26$$

$$r = 25 \text{ mm} \quad K_t = 1,22$$

On constate naturellement que plus le rayon du congé de raccordement est petit, plus le coefficient théorique de concentration de contrainte est grand. Cet effet de surcontrainte risque de provoquer la localisation de la rupture à ce niveau. Bien évidemment, nous n'avons pas tenu compte dans l'ensemble de ce travail des résultats des essais de traction ayant présenté une rupture au niveau du congé de raccordement. A noter que ce cas de figure ne s'est présenté que pour quelques essais de traction avec des éprouvettes poinçonnées et très occasionnellement avec des éprouvettes fraisées.

II. 11 - le fraisage

Le fraisage est utilisé à MYRIAD comme procédé de finition des éprouvettes poinçonnées. Il a pour objectif d'améliorer les caractéristiques de surface de leurs tranches et par suite limiter la dispersion des résultats des essais de traction. C'est dans le but de vérifier cette hypothèse que nous allons comparer le fraisage réalisé habituellement à MYRIAD avec d'autres modes de préparation des éprouvettes.

II. 11. 1 - Description des outillages utilisés

L'état final de la tranche des éprouvettes après fraisage va dépendre essentiellement des paramètres suivants : nature du matériau à usiner, épaisseur de la tôle, usure de la fraise, vitesse de rotation de la fraise, vitesse de déplacement, profondeur de passe, lubrification.

L'usinage couramment employé en production par MYRIAD est réalisé sur une fraiseuse manuelle de laboratoire Erichsen dont les caractéristiques sont les suivantes :

Dimension de la fraise : diamètre 6 mm, hauteur de la partie utile 20 mm,

Matériau de coupe : carbure de tungstène

Vitesse de rotation : 40000 tr/min

Lubrification : sans

Tolérance obtenue sur la largeur finale de la zone utile de l'éprouvette égale à 20 mm : dépend de la maîtrise de l'opérateur ; dans notre cas, comprise entre +/- 0,1 et +/- 0,5 mm.

Un empilement d'éprouvettes poinçonnées, d'une hauteur maximale de 25 mm, est serré dans un gabarit correspondant au profil à fraiser (partie utile et congés de raccordement). Ce montage est présenté par l'opérateur pour usinage face à la fraise d'axe vertical. La vitesse de déplacement et la profondeur de passe sont donc variables selon l'opérateur et les usinages.

Pour la fraiseuse de laboratoire Erichsen, nous avons également utilisé une vitesse de rotation de la fraise de 20000 tr/min pour s'écarter des conditions industrielles de préparation des éprouvettes de traction et mieux apprécier l'existant.

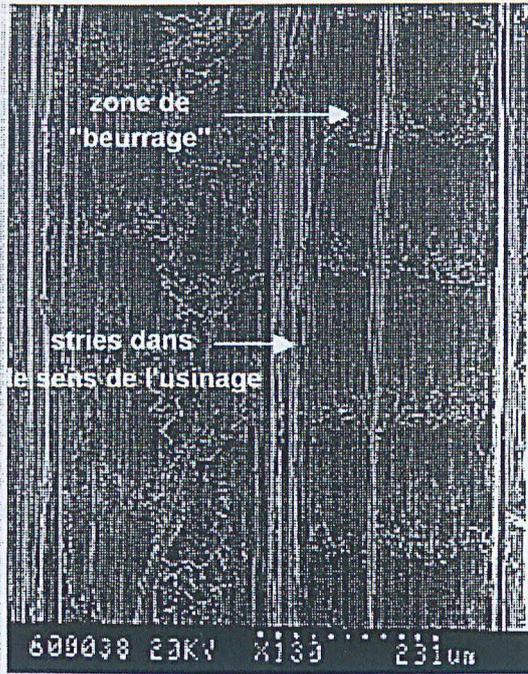


Figure 15 : Aspect de la tranche après fraisage manuel Erichsen (40.000 tr/min - fraise neuve)

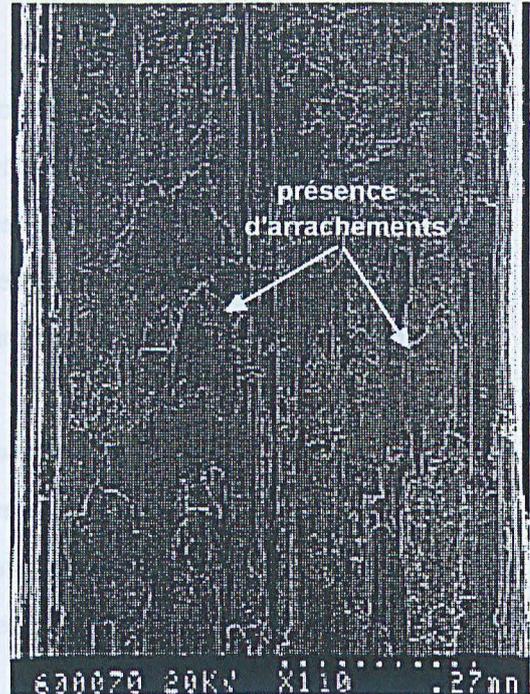


Figure 16 : Aspect de la tranche après fraisage manuel Erichsen (20.000 tr/min - fraise neuve)



Figure 17 : Tranche en coupe transversale Usinage fraiseuse Erichsen (40.000 tr/min - fraise neuve)

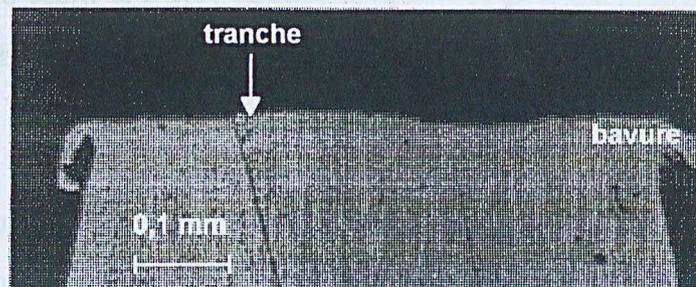


Figure 18 : Tranche en coupe transversale Usinage fraiseuse Erichsen (40.000 tr/min - fraise usagée)

Nous avons aussi souhaité comparer ce mode de fraisage manuel à un fraisage automatique indépendant du facteur humain. Nous avons ainsi utilisé une fraiseuse dont la vitesse et la profondeur de passe sont automatisées. Dans ce cas, la tolérance obtenue sur la largeur finale de la zone utile de l'éprouvette égale à 20 mm est de +/- 0,1 mm.

II. 11. 2 - Observations des tranches des éprouvettes fraisées

Les observations suivantes visent à évaluer les conditions optimum de fraisage avec l'équipement de MYRIAD en faisant varier la vitesse de rotation de la fraise ainsi que son état d'usure en comparaison avec le fraisage automatique.

L'usinage réalisé avec la fraiseuse de laboratoire Erichsen conduit, pour une vitesse de rotation de la fraise de 40000 tr/min (*figure 15*), à des tranches usinées présentant une succession de zones lisses de frottement intense et de zones d'arrachements à la surface de la tranche explicables par un mouvement vibratoire de la fraise dont les dimensions sont faibles en égard aux vitesses utilisées. Ce motif se répète avec un pas régulier d'environ 200 µm tout le long de la tranche usinée. Il s'accompagne de stries longitudinales suivant le sens de déplacement de l'éprouvette sur la fraise qui sont vraisemblablement créées par des copeaux entraînés par la fraise ou des irrégularités de son profil.

Si on diminue la vitesse de rotation de la fraise à 20000 tr/min (*figure 16*), les zones lisses de frottement intense s'accompagnent toujours d'arrachements de la surface mais ne présentent plus de pas régulier.

L'usure de la fraise intervient également sur l'état de surface final de l'éprouvette. La comparaison de deux coupes transversales de la tranche d'éprouvettes usinées soit avec une fraise neuve soit avec une fraise usagée (*figures 17 et 18*) montre que l'usure de la fraise augmente les zones lisses de frottement intense en surface de la tranche, jusqu'à recréer des bavures sur les bords de l'éprouvette. On observe également que le profil de la tranche, découlant de celui de la fraise, n'est pas rigoureusement rectiligne même dans le cas de l'usinage avec fraise neuve.

Lorsque le fraisage est réalisé sur une machine automatique, la surface de la tranche (*figure 19*) présente seulement des stries longitudinales dans le sens de l'usinage sur toute

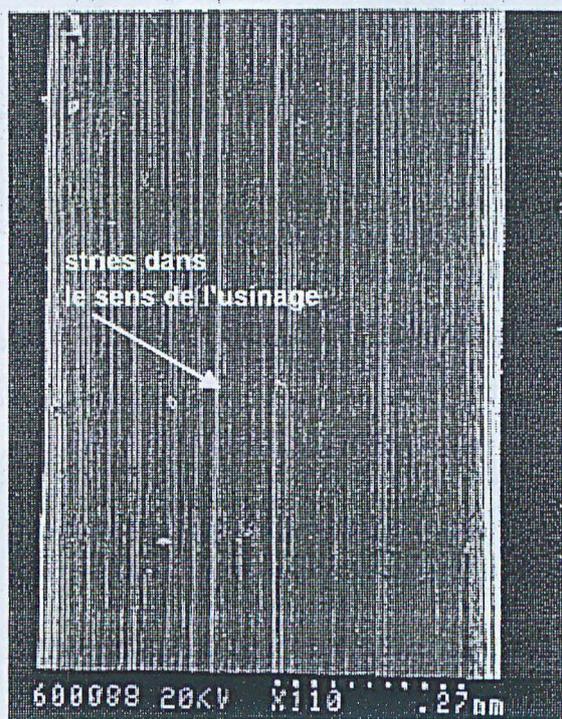


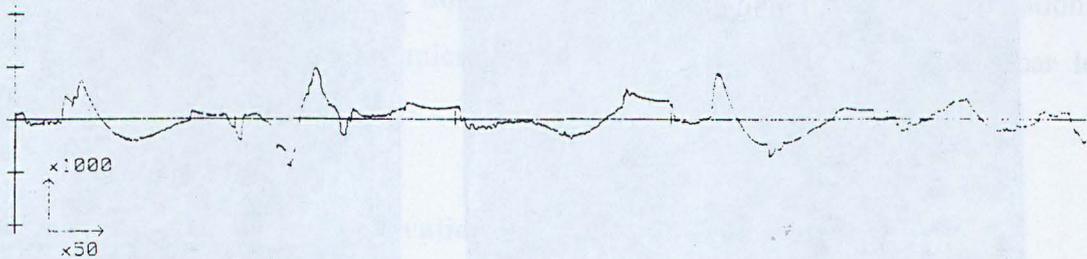
Figure 19 : Aspect de la tranche après usinage automatique

l'épaisseur de l'éprouvette. Ceci est un signe de meilleures conditions d'usinage et d'un meilleur comportement mécanique et vibratoire de la fraiseuse automatique comparée à la fraiseuse manuelle.

La *figure 20* présente les mesures de rugosité de la surface des tranches usinées sur la fraiseuse de laboratoire Erichsen à 20000 et 40000 tr/min et sur la fraiseuse automatique.

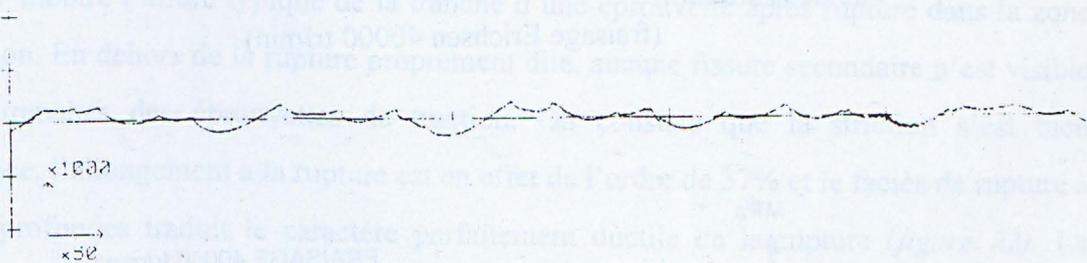
Fraisage manuel ligne 2 : 20 000 tr/min

Ra : 2.1 μm Rt : 18.8 μm Rp : 7.2 μm



Fraisage manuel ligne 2 : 40 000 tr/min

Ra : 1.2 μm Rt : 7.4 μm Rp : 3.2 μm



Fraisage automatique CEV

Ra : 0.8 μm Rt : 11 μm Rp : 3 μm

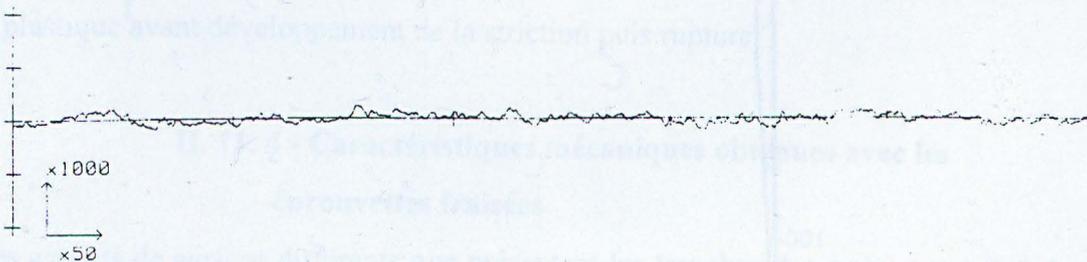


Figure 20 : Rugosité des tranches des éprouvettes fraisées

Dans le cas du fraisage manuel, l'amélioration de l'état de surface liée à l'augmentation de la vitesse de rotation de la fraise, se traduit par une réduction du Ra de 2,1 μm à 1,2 μm , du Rt de 18,8 μm à 7,4 μm et du Rp de 7,2 μm à 3,2 μm . Quant au fraisage automatique, il présente un Ra encore inférieur par rapport au fraisage manuel (Ra = 0,8 μm). Par contre, la

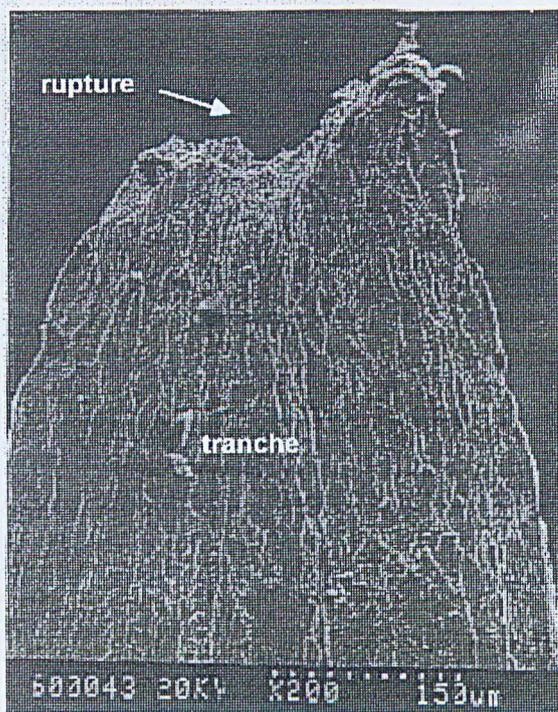


Figure 21 : Tranche à la rupture
Vue de la striction

(fraisage Erichsen 40000 tr/min)

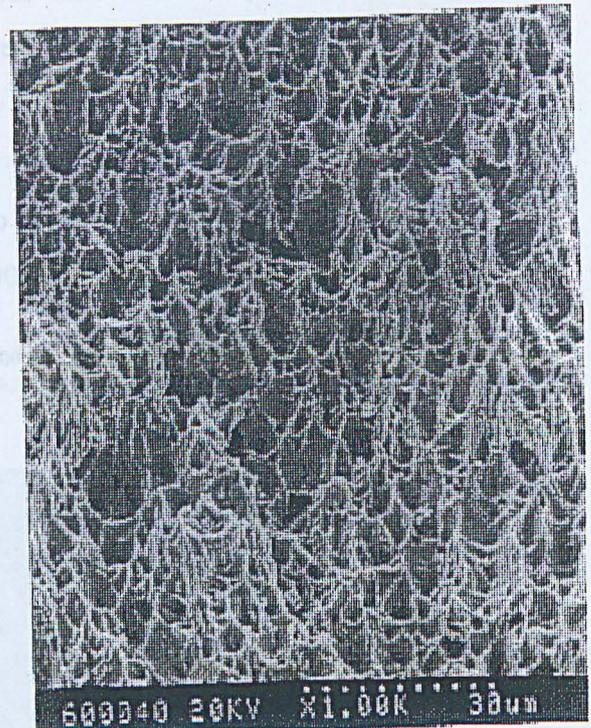


Figure 22 : Faciès de rupture ductile

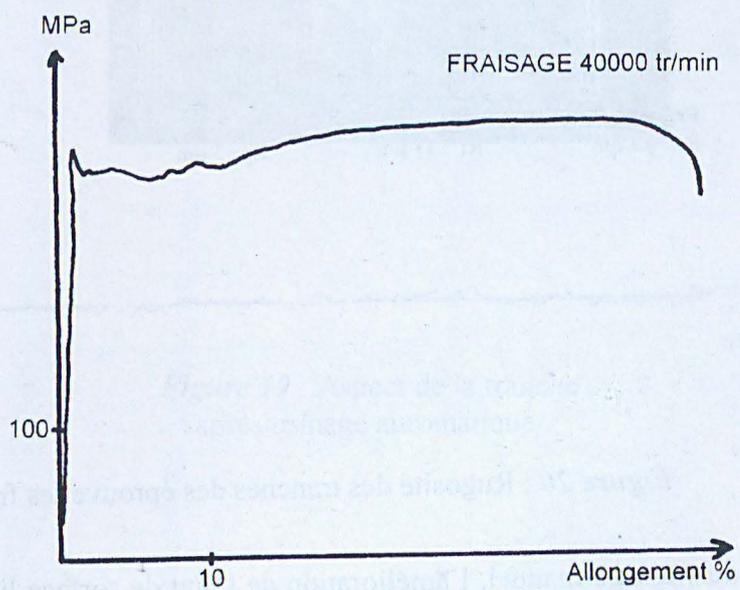


Figure 23 : Courbe de traction
(fraisage Erichsen 40000 tr/min)

topographie globale de la surface n'est pas améliorée par rapport au fraisage manuel à 40000 tr/min puisque R_t et R_p sont du même ordre de grandeur, voire supérieurs ($R_t = 11 \mu\text{m}$ et $R_p = 3 \mu\text{m}$). Nous avons ainsi vérifié par comparaison avec le fraisage automatique que l'état de surface des tranches des éprouvettes fraisées manuellement est représentatif d'un état de surface après fraisage.

Les microduretés, mesurées sur les coupes transversales au voisinage de la tranche des éprouvettes fraisées manuellement, donnent des valeurs comprises entre 135 HV et 166 HV, avec une face légèrement plus dure que l'autre, sans pour autant qu'un écrouissage ne soit visible au niveau de la microstructure du métal. Ces résultats, associés aux observations microscopiques, montrent que l'état microstructural de l'acier n'est pas affecté par le fraisage.

II. 11. 3 - Observations après rupture par traction

Nous ne présenterons dans ce paragraphe que les observations réalisées après rupture par traction sur des éprouvettes fraisées manuellement avec une vitesse de 40000 tr/min. La *figure 21* montre l'allure typique de la tranche d'une éprouvette après rupture dans la zone de striction. En dehors de la rupture proprement dite, aucune fissure secondaire n'est visible sur les tranches des éprouvettes de traction. On constate que la striction s'est bien développée, l'allongement à la rupture est en effet de l'ordre de 37% et le faciès de rupture à cupules profondes traduit le caractère parfaitement ductile de la rupture (*figure 22*). La courbe de traction, présentée sur la *figure 23*, est conforme en tous points à la courbe théorique : palier de contrainte à la limite d'élasticité, maximum de contrainte dans le domaine plastique avant développement de la striction puis rupture.

II. 11. 4 - Caractéristiques mécaniques obtenues avec les éprouvettes fraisées

Malgré les aspects de surface différents que présentent les tranches des éprouvettes fraisées manuellement en fonction des paramètres de fraisage choisis (vitesse de rotation de la fraise pour la fraiseuse Erichsen), les résultats R_e , R_{max} , $A\%$ des essais de traction relatifs à l'échantillon GC2 (moyenne et écart-type de trois essais) repris dans le *tableau 24* ne présentent pas d'écarts significatifs.

	Re (MPa)	Rmax (MPa)	A%	DRe	DRmax	DA%
Fraisage Erichsen 40000 tr/min (fraise neuve)	318	365	37	5.7	2.0	0.8
Fraisage Erichsen 40000 tr/min (fraise usagée)	316	363	34	6.3	1.8	2.2
Fraisage Erichsen 20000 tr/min (fraise neuve)	319	369	35	4.4	1.4	1.5

Tableau 24 : Résultats moyens comparatifs des différentes conditions de fraisage (GC2)

Les valeurs de l'allongement à la rupture, qui peuvent approcher 37% avec fraise neuve et une vitesse de rotation de 40000 tr/min, confirment les observations précédentes en faveur du développement de la striction ainsi que le caractère ductile du faciès de rupture. De plus, l'écart type sur l'allongement à la rupture est minimum pour ce mode de préparation.

Les valeurs de limite d'élasticité, de résistance à la traction et d'allongement à la rupture, obtenues suivant le protocole de préparation des éprouvettes utilisé en production à savoir, le fraisage manuel à 40000 tr/min, fraise non usagée, seront utilisées comme références dans la suite de cette étude.

II. 12 - Le poinçonnage

Avant de nous intéresser aux technologies de découpe à haute énergie, nous allons revenir sur le poinçonnage, première étape dans la préparation des éprouvettes de traction. Nous allons évaluer les différences en termes d'état de surface découpée, de mode de rupture et de caractéristiques mécaniques entre l'état initial de poinçonnage et la finition par fraisage des éprouvettes. Cette comparaison entre fraisage et poinçonnage nous permettra de qualifier la valeur ajoutée de l'étape finale de préparation d'une éprouvette par fraisage qui présente de fortes contraintes industrielles telles que le temps passé par les contrôleurs.

II. 12. 1 - Description de l'outillage utilisé

La découpe par poinçonnage est réalisée grâce à un système de poinçon et matrice inséré dans une presse hydraulique de poussée 50000 daN. Le jeu mécanique entre le poinçon et la matrice est prévu de façon à pouvoir découper sans coincer des échantillons de tôle dont les épaisseurs peuvent varier entre 0,3 et 2 mm. La valeur nominale des jeux définis sur l'outillage neuf est présentée par la *figure 25*.

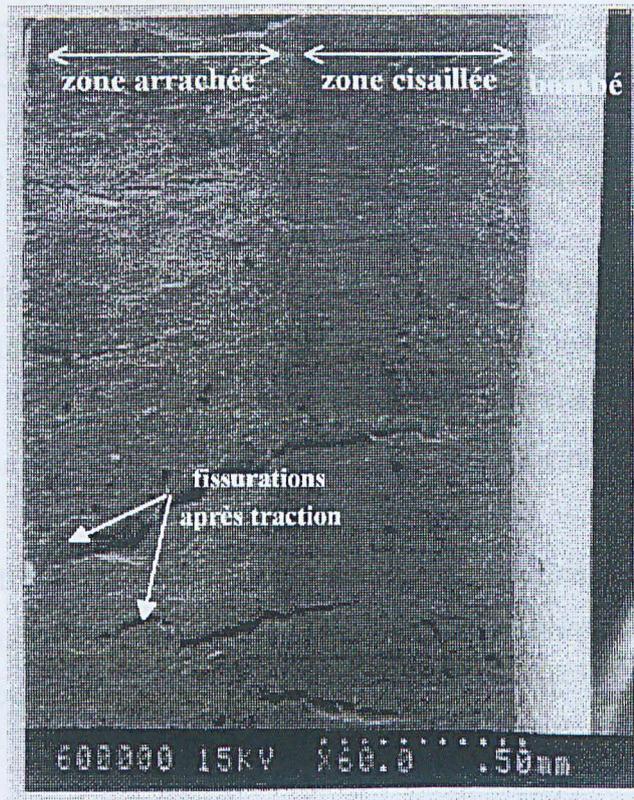


Figure 26 : Tranche d'une éprouvette poinçonnée (épaisseur 1,5 mm - après rupture par traction)

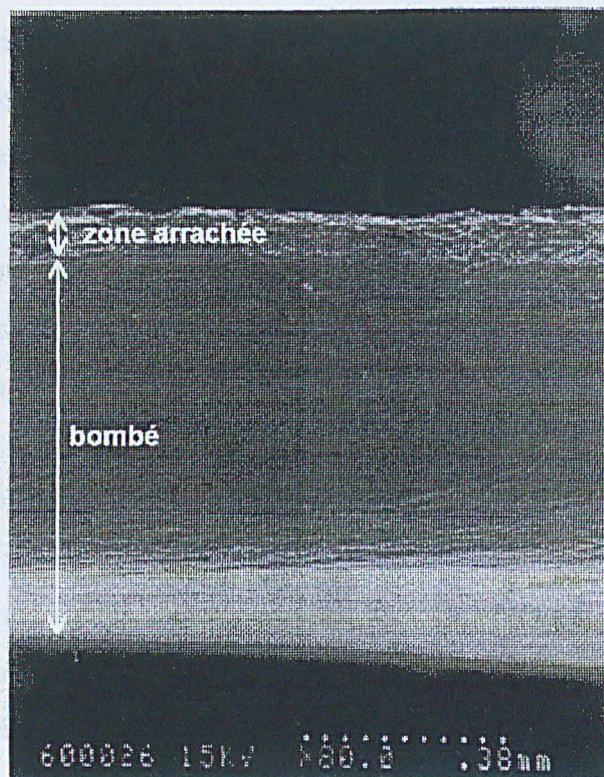


Figure 28: Tranche d'une éprouvette poinçonnée (épaisseur 0,6 mm - avant essai de traction)

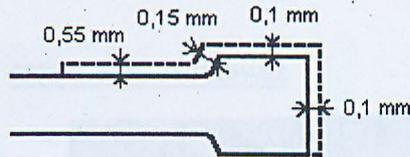


Figure 25 : Jeux mécaniques entre poinçon et matrice

La largeur de la zone utile des éprouvettes poinçonnées est de 20,8 mm. Pour ce mode de découpe, nous avons choisi d'élargir l'étude à une épaisseur d'éprouvette de 1,5 mm. La comparaison des topographies des tranches poinçonnées des éprouvettes de 0,6 mm et 1,5 mm d'épaisseur nous permettra de mettre en évidence l'importance de l'épaisseur des tôles pour ce mode de préparation.

II. 12. 2 - Observations des tranches des éprouvettes poinçonnées

Bien que l'on ne considère par la suite que les éprouvettes de 0,6 mm d'épaisseur, nous commençons à des fins de comparaison par la description des tranches d'éprouvette poinçonnée d'épaisseur 1,5 mm (figure 26). Celles-ci présentent, comme classiquement dans le cas du poinçonnage, 3 zones différentes réparties suivant l'épaisseur de la tôle. En partant de la surface inférieure de l'éprouvette (à droite sur la photo), on observe tout d'abord une première zone correspondant à un bombé du métal obtenu par déformation plastique au contact de la matrice. Puis la partie effectivement cisailée, appelée aussi zone calibrée, parfaitement perpendiculaire à la surface et se reconnaissant par son aspect lisse. Enfin, une zone arrachée de forte rugosité se terminant par une bavure correspond à la fin de la découpe sur la surface supérieure de l'éprouvette en contact avec le poinçon. La figure 27 schématise l'apparition de ces différentes zones lors du poinçonnage de la tôle.

Il faut noter que ces observations sont similaires à celles de Cervenka [CER90] réalisées sur des aciers dual-phase.

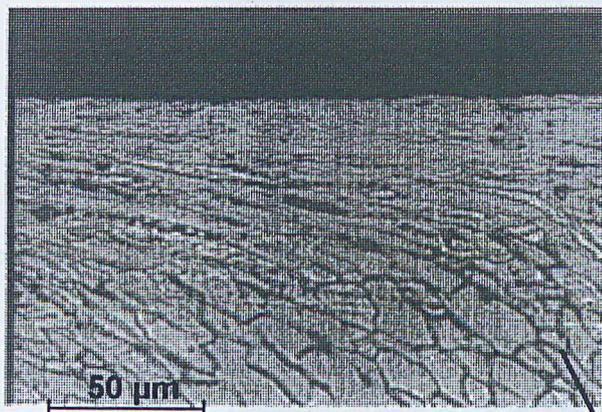


Figure 29 : Ecroûissage du bombé de la tranche après poinçonnage (vue en coupe transversale)

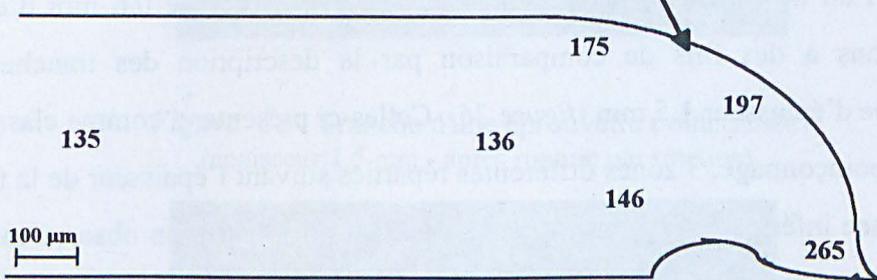


Figure 31 : Mesure de microdureté sur une coupe transversale (HV500)

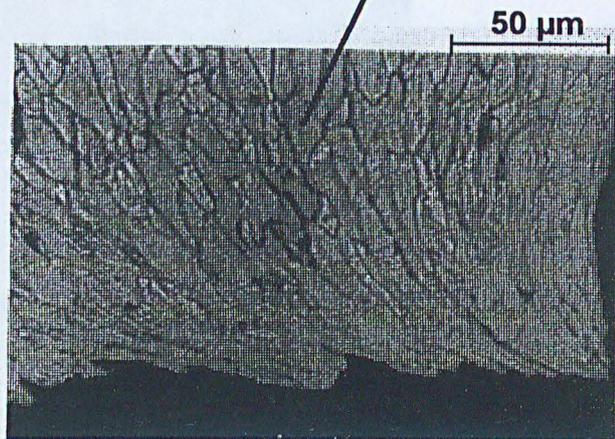
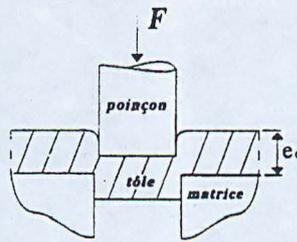


Figure 30 : Bavure après poinçonnage (vue en coupe transversale)

EFFORTS DE DÉCOUPAGE



EFFORTS DE DÉVÊTISSAGE

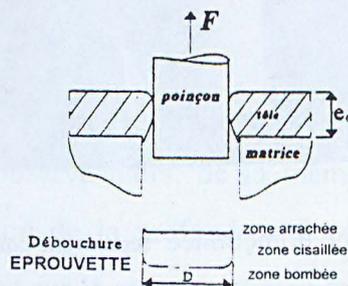


Figure 27 : Le poinçonnage d'une tôle mince [CET97]

Quand l'épaisseur de l'éprouvette poinçonnée diminue, on remarque que la proportion entre ces trois zones évolue. Le faciès typique de poinçonnage d'une éprouvette de 0,6 mm, présenté par la *figure 28*, ne laisse plus apparaître de zone cisailée. La partie bombée, au contraire, appelée encore tombé de rive, devient plus importante.

Des coupes transversales permettent d'étudier la microstructure au voisinage des tranches. La *figure 29* montre l'écroûissage dans la zone bombée qui se traduit par une déformation croissante des grains de l'acier au voisinage de la tranche, provoquée par l'opération de poinçonnage. L'écroûissage est également visible sur la *figure 30* au niveau de l'arrachement du métal formant la bavure.

La *figure 31* rassemble l'ensemble des mesures de microdureté effectuées sur une coupe transversale au voisinage de la tranche d'une éprouvette poinçonnée d'épaisseur 0,6 mm. Au coeur de la tôle, où la structure de l'acier n'a pas été affectée par le poinçonnage, la microdureté est de 135 HV. Au plus près de la surface inférieure de l'éprouvette poinçonnée

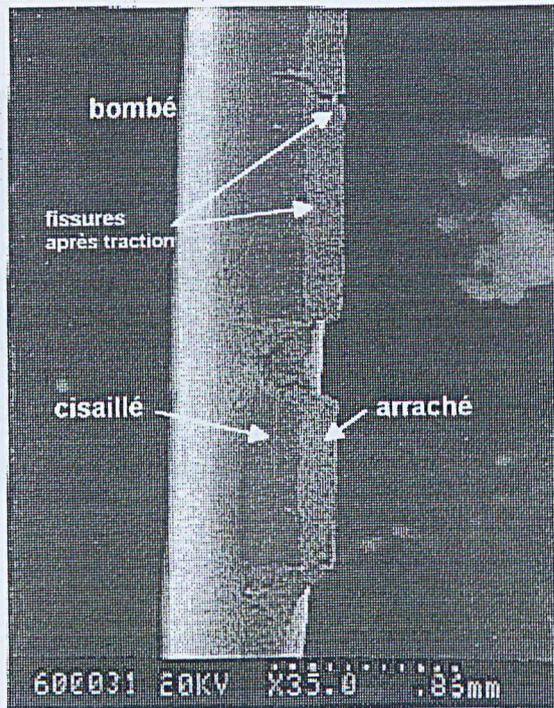


Figure 32: Tranche poinçonnée (épreuve poinçonnée - $e = 0,6$ mm)

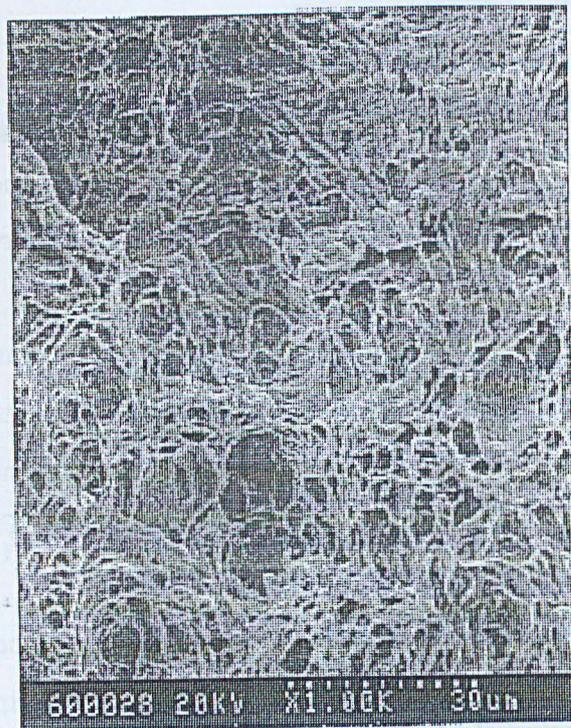


Figure 33 : Faciès de rupture après traction ($e = 0,6$ mm)

et dans la zone bombée, la dureté évolue faiblement et passe de 135 HV à 150 HV. La profondeur affectée par l'écrouissage sur cette face est d'environ 100 μm . Par contre, la surface supérieure se terminant par la bavure est fortement écrouie sur une profondeur d'environ 600 μm . L'évolution de la dureté est graduelle du cœur vers la bavure de 148 à 264 HV. Cette surface, en contact avec le poinçon, est en compression lors du poinçonnage, alors que pour la surface inférieure les efforts sont localisés au début de la découpe dans la zone qui donne naissance par la suite au bombé.

Le jeu existant entre le poinçon et la matrice et l'épaisseur de l'échantillon conditionnent l'épaisseur du bombé de l'éprouvette poinçonnée. Lorsque l'épaisseur diminue, pour une même valeur du jeu de l'outillage, le bord de la tôle peut suivre plus profondément la déformation imposée par le poinçon, le bombé est alors plus important sans qu'il y ait création d'une zone cisailée.

Il en est de même pour l'usure de l'outillage, le jeu existant entre le poinçon et la matrice tend à augmenter. On observe alors, de la même façon, un bombé plus important qui entraîne une augmentation de la profondeur de matériau affecté par l'écrouissage. Une précédente étude [BER95] sur le même matériau montre la variation de la zone affectée par l'écrouissage, pour une épaisseur de tôle constante, en fonction de l'état d'usure du système poinçon - matrice. Pour un outillage neuf, la zone affectée reste inférieure à 300 μm de profondeur tandis que pour un outillage usagé, elle est de l'ordre de 700 μm de profondeur.

II. 12. 3 - Observations après rupture par traction

La *figure 32* d'une éprouvette de 0,6 mm d'épaisseur, ainsi que la *figure 26* pour une épaisseur de 1,5 mm, montrent en dehors de la zone de striction et de rupture finale proprement dite, de nombreuses fissures secondaires visibles le long des tranches de l'éprouvette et orientées perpendiculairement à l'axe de sollicitation. Elles se sont généralement amorcées dans la zone arrachée et souvent à partir de la bavure. Le faciès de rupture de l'éprouvette présente des cupules ductiles [SAN] de faible profondeur, comme on peut le voir sur la *figure 33*, mettant en évidence le fait que la striction ne s'est que faiblement développée. Ceci est visible sur la fin de la courbe de traction de la *figure 34*.

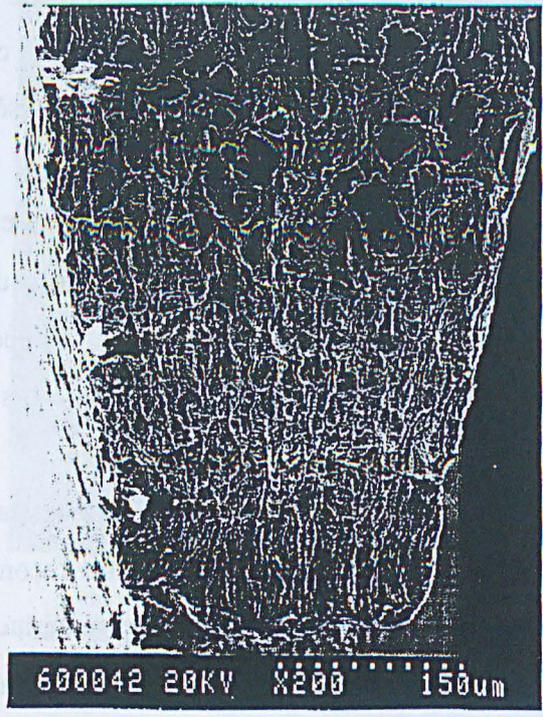


Figure 35 : Tranche après rupture vue de la striction
(éprouvette poinçonnée - $e = 0.6$ mm)

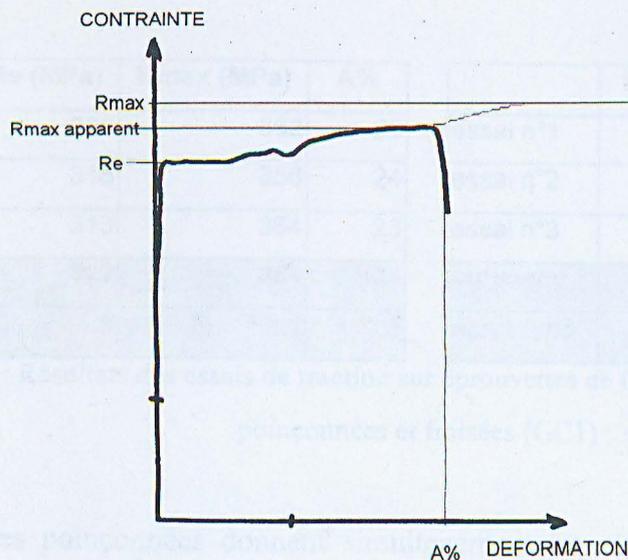


Figure 34 : courbe de traction d'une éprouvette poinçonnée rompue sans développement de la striction ($e = 0,6$ mm)

La courbe de traction ne présente pas de décroissance de la contrainte, significative de l'apparition de la striction et l'allongement à la rupture mesuré n'est que de 20%. Cette quasi absence de striction est parfaitement confirmée par l'observation de la *figure 35* de la tranche de l'éprouvette rompue qui montre une faible diminution de l'épaisseur ainsi qu'une surface de rupture finale de l'éprouvette orientée globalement à 90° par rapport à l'axe de sollicitation.

Dans le cas d'une éprouvette préparée par fraisage dont nous avons vu précédemment que la traction était menée jusqu'au développement d'une striction importante, la rupture s'effectue à 45° suivant les bandes de glissement.

II. 12. 4 - Caractéristiques mécaniques obtenues avec les éprouvettes poinçonnées

Les résultats des essais de traction pour des éprouvettes d'épaisseur 0,6 mm, soit poinçonnées, soit poinçonnées puis fraisées sont présentés dans le *tableau 36* suivant :

Poinçonnage

Fraisage Erichsen 40000 tr/min

	Re (MPa)	Rmax (MPa)	A%
essai n°1	305	362	25
essai n°2	318	358	24
essai n°3	313	364	23
moyenne	312	361	24
écart type	6.6	3.1	1.3

	Re (MPa)	Rmax (MPa)	A%
essai n°1	300	367	37
essai n°2	313	370	36
essai n°3	313	366	38
moyenne	309	368	37
écart type	7.5	2.1	0.7

Tableau 36 : Résultats des essais de traction sur éprouvettes de 0,6 mm soit poinçonnées, soit poinçonnées et fraisées (GC1)

Les éprouvettes poinçonnées donnent simultanément les résistances à la traction et les allongement à la rupture les plus faibles. L'écrouissage du matériau sur les bords poinçonnés de l'éprouvette ainsi que des microamorçages ou microarrachements au niveau des bavures favorisent la création de nombreuses fissures qui réduisent le domaine de déformation plastique de l'acier. Cela se traduit par une forte diminution de l'allongement à la rupture. Quant aux valeurs plus faibles de la résistance à la traction, il s'agit en fait d'une résistance à la traction apparente liée au fait que l'on n'atteint pas le plateau de la courbe de traction, comme on peut le voir sur la *figure 34*.

Même si les caractéristiques mécaniques du matériau sont conformes aux spécifications imposées par la norme EN 10142 [EN142], à savoir résistance à la traction inférieure à 500 MPa et allongement à la rupture supérieur à 22%, ce mode de préparation des éprouvettes, par son influence non négligeable sur l'allongement à la rupture, risque d'entraîner le déclassement du produit final.

II. 13 - La découpe par laser

II. 13. 1 - Description de la technique

La technique de découpe par laser est utilisée dans l'industrie de la tôlerie depuis une trentaine d'années. Le principe réside dans la fusion et dans l'évacuation du matériau de la zone concernée par un gaz d'assistance.

Essai n°1	Rmax (MPa)	Rm (MPa)	AE
37	307	303	28
38	270	272	24
39	302	313	23

Essai n°1	Rmax (MPa)	Rm (MPa)	AE
37	307	303	28
38	270	272	24
39	302	313	23

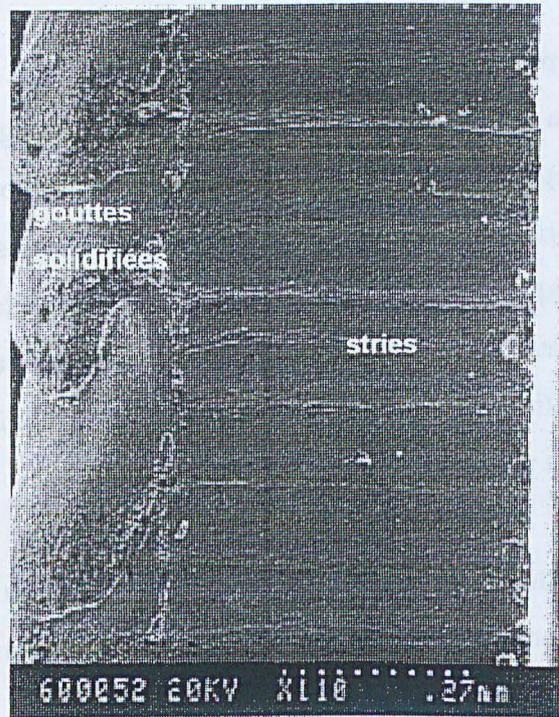


Figure 37 : Tranche obtenue par découpe laser

Pour étudier l'intérêt éventuel de ce mode de préparation, nous avons fait découper par laser des éprouvettes de traction par le CALFA à Béthune. Les paramètres de la découpe sont les suivants :

- type de laser : CO₂ ($\lambda = 10,6 \mu\text{m}$)
- puissance : 400W- gaz d'assistance : O₂ sous pression de 2 bars
- distance focale de la lentille : $f = 127 \text{ mm}$
- vitesse de découpe : 3 m/min
- tolérance obtenue sur les dimensions de l'éprouvette : +/- 0,1 mm

II. 13. 2 - Observations des tranches des éprouvettes découpées par laser

La *figure 37* présente la tranche typique d'une éprouvette obtenue par découpe par laser. On observe des stries caractéristiques du passage du faisceau. Il existe également un bourrelet formé de gouttes de métal en fusion solidifiées sur le bord opposé à l'entrée du faisceau. Des études [CET95] ont montré que l'aspect de la coupe est lié plus particulièrement à la pureté de l'oxygène et à la pression à laquelle il est envoyé sur la pièce.

La rugosité de la surface, présentée en *figure 38*, retranscrit les vagues formées par les impulsions du laser. Nous constatons que les mesures de rugosité d'une découpe par laser donnant $R_a = 3,3 \mu\text{m}$, $R_t = 21 \mu\text{m}$ et $R_p = 8 \mu\text{m}$ sont supérieures aux valeurs mesurées pour une surface fraisée, à savoir $R_a = 1,2 \mu\text{m}$, $R_t = 7,4 \mu\text{m}$ et $R_p = 3,2 \mu\text{m}$.

Découpe laser :

$R_a : 3,3 \mu\text{m}$

$R_t : 21 \mu\text{m}$

$R_p : 8 \mu\text{m}$

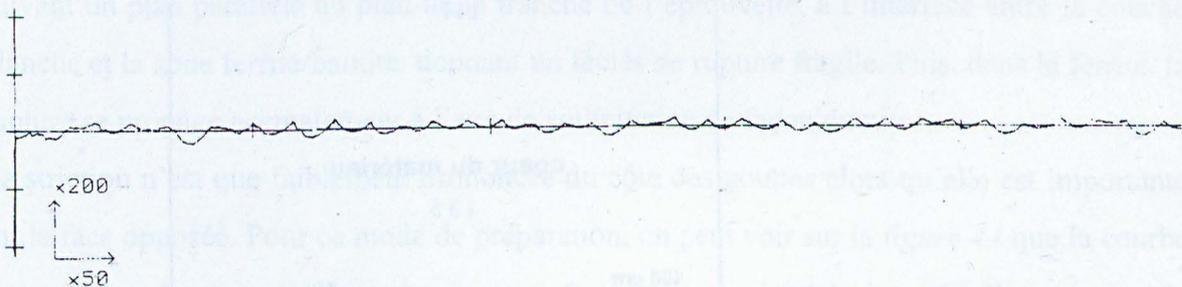


Figure 38 : Rugosité de la tranche d'une éprouvette découpée par laser



Figure 39: Microstructure de la ZAT
(coupe transversale)

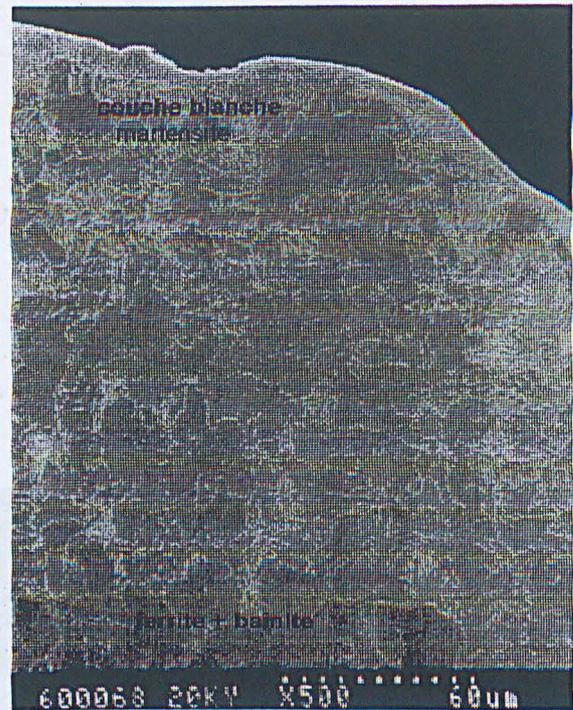


Figure 40 : Microstructure au niveau d'une
goutte solidifiée (coupe transversale)

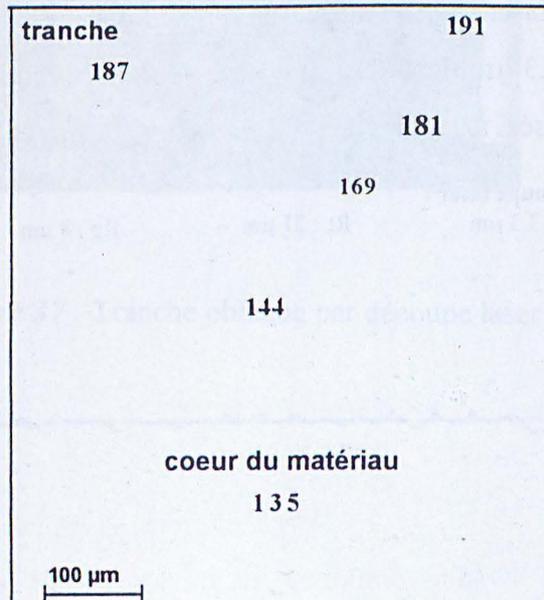


Figure 41 : Mesures de microdureté (HV500) réalisées sur
une coupe transversale d'une l'éprouvette découpée par laser

L'observation suivant une coupe transversale de la structure micrographique au voisinage de la tranche, présentée sur la *figure 39*, montre que la zone affectée thermiquement (ZAT) présente une évolution graduelle de la taille des grains. Par contre, au niveau d'une goutte solidifiée après passage du faisceau, on voit clairement sur la *figure 40* la couche blanche martensitique qui forme un fin liseré de 6 μm en extrême surface, et plus profondément dans le matériau, un mélange de ferrite et de bainite. Ces transformations de la structure interviennent au cours du chauffage et du refroidissement. Au coeur du matériau, la structure de l'acier n'a pas été affectée thermiquement par la découpe. On retrouve alors la valeur de microdureté de 135 HV caractéristique du matériau étudié (*figure 41*). En revanche, au voisinage de la tranche, les modifications structurales se retrouvent dans les résultats des mesures de microdureté qui montrent un durcissement de l'acier atteignant 191 HV en extrême surface. La profondeur de métal affectée par ce mode de préparation est d'environ 300 μm .

II. 13. 3 - Observations après rupture par traction

La *figure 42* montre la tranche après rupture par traction dans la zone de la striction. On observe le long de l'éprouvette des fissures secondaires sur toute l'épaisseur de la tranche. Les plus importantes sont situées au niveau des gouttes solidifiées de la couche blanche. L'observation microscopique suivant le plan de rupture de l'éprouvette découpée par laser montre deux faciès de rupture différents. Au niveau de la couche blanche, on observe un faciès de rupture très particulier faisant penser à une rupture fragile (*figure 43*). Le reste de l'éprouvette présente un faciès à cupules profondes caractéristique d'une rupture ductile. Il apparaît que la rupture s'amorce entre deux gouttes et se propage sur quelques microns suivant un plan parallèle au plan de la tranche de l'éprouvette, à l'interface entre la couche blanche et la zone ferrite/bainite, donnant un faciès de rupture fragile. Puis, dans la ferrite, la rupture se propage normalement à l'axe de sollicitation de façon ductile.

La striction n'est que faiblement prononcée du côté des gouttes alors qu'elle est importante sur la face opposée. Pour ce mode de préparation, on peut voir sur la *figure 44* que la courbe de traction présente une allure classique conforme à la courbe théorique. L'allongement à la rupture est de 32%, soit une valeur légèrement inférieure au cas du fraisage pour lequel la striction s'est développée normalement.

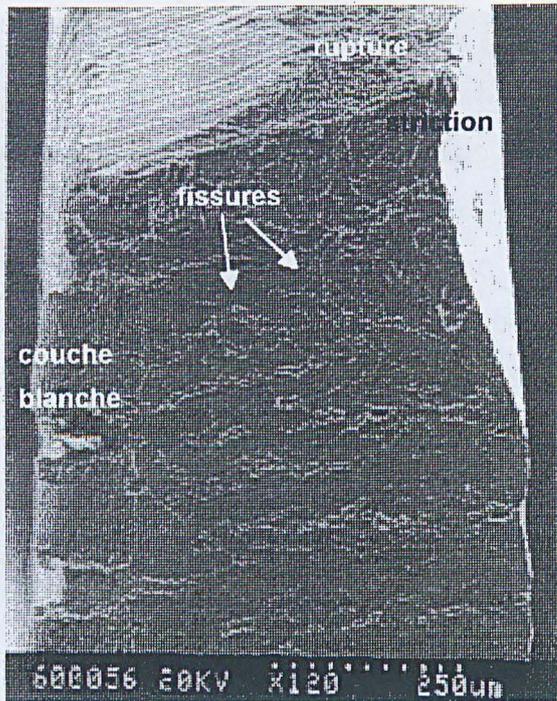


Figure 42 : Tranche à la rupture
 Vue de la striction
 (éprouvette découpée par laser)

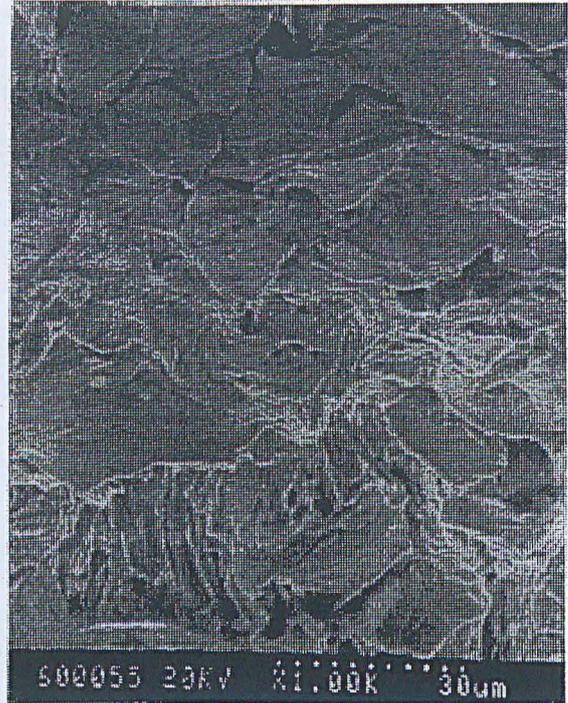


Figure 43 : Faciès de rupture fragile
 au niveau de la couche blanche

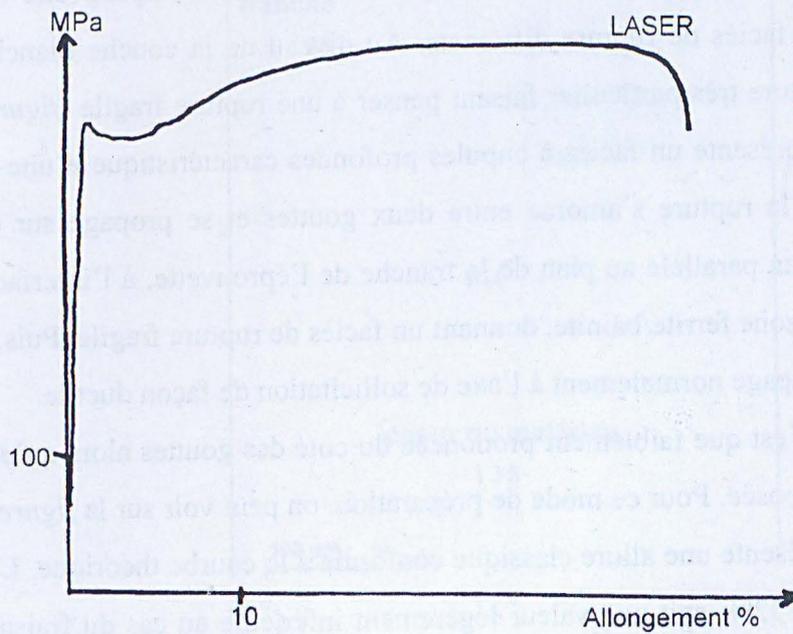


Figure 44 : Courbe de traction d'une éprouvette découpée par laser

II. 13. 4 - Caractéristiques mécaniques obtenues avec les éprouvettes découpées par laser

Les résultats des essais de traction pour la série des éprouvettes découpées par laser sont repris dans le *tableau 45* et comparés aux résultats des éprouvettes fraisées.

Découpe par laser

	Re (MPa)	Rmax (MPa)	A%
essai n°1	315	378	33
essai n°2	315	378	29
essai n°3	323	383	33
essai n°4	313	377	33
moyenne	317	379	32
écart type	4.4	2.7	1.8

Fraisage Erichsen 40000 tr/min

	Re (MPa)	Rmax (MPa)	A%
essai n°1	300	367	37
essai n°2	313	370	36
essai n°3	313	366	38
moyenne	309	368	37
écart type	7.5	2.1	0.7

Tableau 45 : Résultats des essais de traction sur éprouvettes de 0,6 mm découpées par laser et fraisées (GC1)

Les éprouvettes découpées par laser donnent des valeurs élevées de résistance à la traction qui traduisent bien le durcissement global moyen de l'éprouvette provoqué par le durcissement prononcé du matériau au voisinage des tranches. De plus, la diminution de l'allongement à la rupture par rapport à celles des éprouvettes fraisées révèle bien l'influence du comportement fragile de la zone thermiquement influencée par le passage du faisceau laser. Les travaux de CERVANKA [CER90] n'avaient montré aucune influence de la découpe laser sur la tenue en fatigue des aciers dual-phase. Nous voyons ici qu'il en est autrement pour les résultats de l'essai de traction sur l'acier doux. Sous l'effet du choc thermique subi par les bords de l'éprouvette et du changement de structure qui en découle, la découpe laser affecte les caractéristiques mécaniques monotones de l'éprouvette, conduisant à une augmentation de Rmax associée à une diminution de A%.

II. 14 - La découpe par jet d'eau

II. 14. 1 - Description de la technique

Le jet d'eau très haute pression existe depuis une quarantaine d'années, mais ce n'est qu'à partir de 1986 que la technique de découpe par jet d'eau a réellement connu un fort développement dans l'industrie. L'outil de coupe est un jet d'eau aussi fin qu'un cheveu

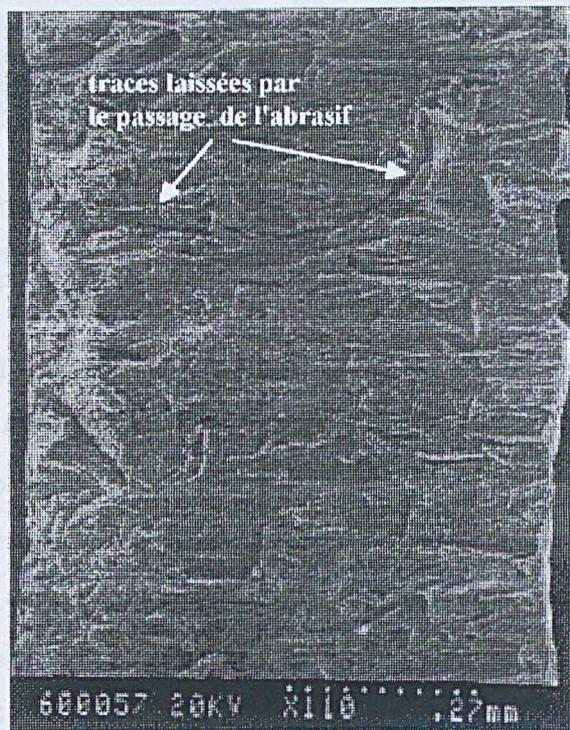


Figure 46 : Tranche d'une éprouvette découpée par jet d'eau

projeté à très grande vitesse (près de 1000 m/s), lui conférant un pouvoir d'érosion très important. On améliore les performances de l'eau en l'additionnant de poudres abrasives.

A notre demande, une série d'éprouvettes ont été découpées par le société AQUARESE Industries à Dunkerque. Les paramètres de découpe sont les suivants :

- pression du jet : 4800 bars,
- type d'abrasif : grenat (sable rouge),
- granulométrie de l'abrasif : 200 à 500 μm ,
- débit de l'abrasif : 350 g/min,
- diamètre du saphir de la buse : 0,4 mm,
- diamètre du jet en sortie : 1,2 mm,
- tolérance obtenue sur les dimensions des éprouvettes : +/- 0,5 mm.

II. 14. 2 - Observations des tranches des éprouvettes découpées par jet d'eau

La topographie typique des tranches des éprouvettes découpées par jet d'eau est présentée sur la *figure 46*. On observe un faciès très chaotique engendré par le passage du jet abrasif. La forte rugosité de la tranche est confirmée par les mesures reportées sur la *figure 47*. Avec la découpe par jet d'eau additionnée d'abrasif, on obtient : $R_a = 10 \mu\text{m}$, $R_t = 62 \mu\text{m}$ et $R_p = 24 \mu\text{m}$. Ces valeurs sont à comparer avec les résultats sur une tranche fraisée qui donnaient $R_a = 1,2 \mu\text{m}$, $R_t = 7,4 \mu\text{m}$ et $R_p = 3,2 \mu\text{m}$, soit une rugosité dix fois inférieure.

Découpe jet d'eau:

$R_a : 10 \mu\text{m}$

$R_t : 62 \mu\text{m}$

$R_p : 24 \mu\text{m}$

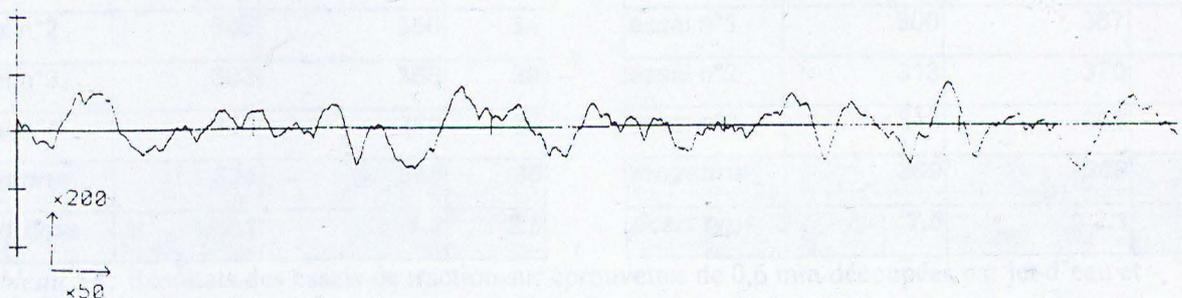


Figure 47 : Rugosité de la tranche d'une éprouvette découpée par jet d'eau

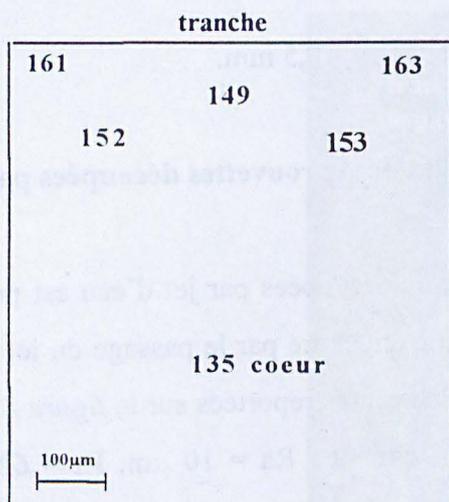


Figure 48 : Mesures de microduretés réalisées sur une coupe d'une éprouvette découpée par jet d'eau (HV500)

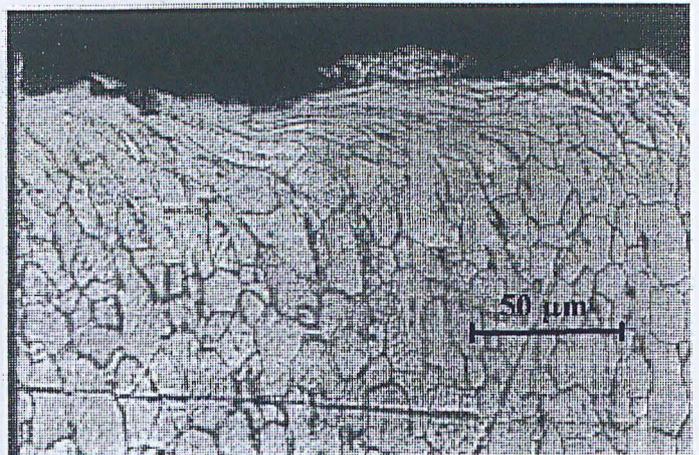


Figure 49 : Tranche d'une éprouvette découpée par jet d'eau (coupe transversale)

Les mesures de microdureté reportées sur la *figure 48*, réalisées suivant une coupe transversale, montrent un léger durcissement de l'acier au voisinage de la tranche dont la dureté est de 160 HV pour une dureté de 135 HV au coeur du matériau. On constate en effet sur la *figure 49* réalisée suivant une coupe transversale, le fort écrouissage de la tranche de l'éprouvette qui semble arrachée et déformée par le passage de l'abrasif plutôt que découpée. La profondeur de métal affectée par l'écrouissage n'est ici que de 50 μm .

II. 14. 3 - Observations après rupture par traction

La *figure 50* présente la topographie typique d'une tranche d'éprouvette découpée par jet d'eau après rupture par traction dans la zone de striction. En dehors de la rupture proprement dite, on n'observe sur la *figure 51* aucune fissuration secondaire le long des tranches des éprouvettes découpées par jet d'eau. La courbe de traction, donnée par la *figure 52*, est représentative de la déformation en traction de l'éprouvette avec une striction importante qui se traduit par un allongement à la rupture de l'ordre de 36%. A noter que le faciès de rupture est ductile à cupules profondes.

II. 14. 4 - Caractéristiques mécaniques obtenues avec les éprouvettes découpées par jet d'eau

Le *tableau 53* rassemble les résultats des essais de traction réalisés sur la série d'éprouvettes découpées par jet d'eau et sur les éprouvettes fraisées dans un prélèvement de la même bobine.

Découpe par jet d'eau

	Re (MPa)	Rmax (MPa)	A%
essai n°1	308	365	33
essai n°2	306	366	34
essai n°3	303	366	39
essai n°4	305	368	38
moyenne	306	366	36
écart type	2.1	1.3	2.8

Fraisage Erichsen 40000 tr/min

	Re (MPa)	Rmax (MPa)	A%
essai n°1	300	367	37
essai n°2	313	370	36
essai n°3	313	366	38
moyenne	309	368	37
écart type	7.5	2.1	0.7

Tableau 53 : Résultats des essais de traction sur éprouvettes de 0,6 mm découpées par jet d'eau et fraisées (GC1)



Figure 50 : Vue de la tranche
après rupture par traction
(éprouvette découpée par jet d'eau)

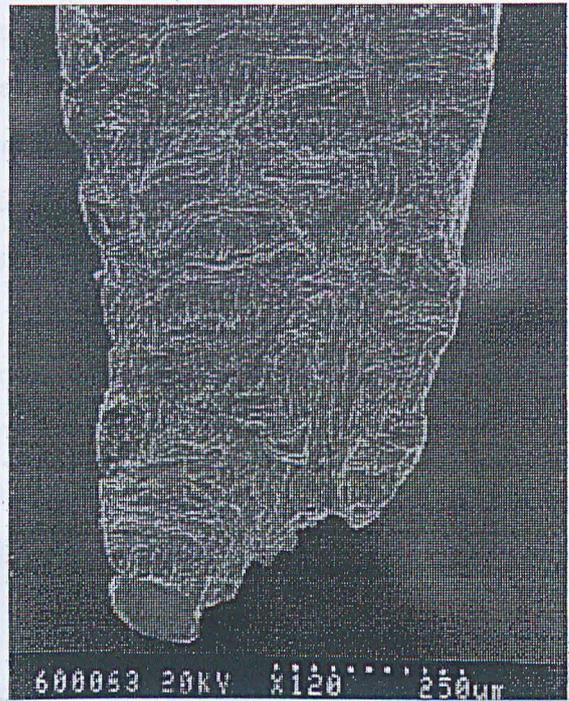


Photo 51 : Tranche à la rupture
Vue de la striction
(éprouvette découpée par jet d'eau)

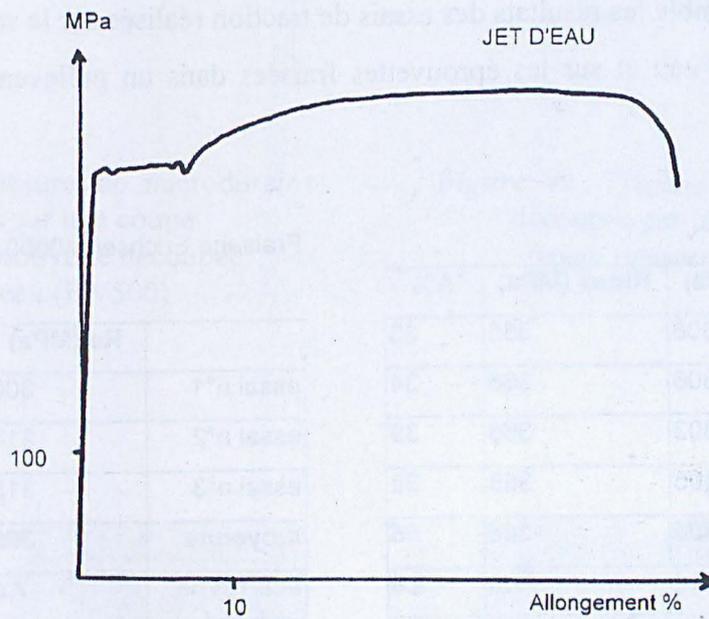


Figure 52 : Courbe de traction
(éprouvette découpée par jet d'eau)

La découpe par jet d'eau donne des résultats mécaniques proches des résultats obtenus pour les éprouvettes fraisées manuellement à 40000 tr/min. En agissant par action purement mécanique, ce type de découpe n'entraîne pas de changement dans la structure du matériau. Le durcissement de la tranche, lié à l'écrouissage généré par les chocs des particules abrasives, reste limité en extrême surface de la tranche et n'influence pas la résistance à la traction. La rugosité, pourtant très importante, ne semble pas préjudiciable au comportement à la rupture par traction de l'éprouvette, conduisant à des valeurs moyennes comparables. Toutefois, il faut noter que la dispersion sur les valeurs de l'allongement est la plus forte de tous les modes de préparation testés. Il semble que le profil de rugosité ne présente pas d'entaille trop aiguë risquant d'augmenter fortement le coefficient local de concentration de contrainte et donc de provoquer la rupture à ce niveau. La découpe par jet d'eau permet donc d'obtenir des éprouvettes de traction qui seront bien représentatives du matériau.

II. 15 - La découpe par électroérosion à fil

II. 15. 1 - Description de la technique

L'usinage par électroérosion est le plus ancien de tous les procédés à haute énergie puisqu'il fit son apparition en URSS au cours de la seconde guerre mondiale. Il est aujourd'hui largement répandu dans de nombreux secteurs de l'industrie. La découpe par électroérosion consiste à enlever du métal par des étincelles électriques situées entre le fil utilisé comme électrode et la pièce à découper, tous deux immergés dans un liquide diélectrique. Il y a localement fusion et vaporisation des matériaux constituant l'électrode et la pièce.

Une série d'éprouvettes a été préparée suivant cette technique à l'IUT de Valenciennes, département GMP.

II. 15. 2 - Observations des tranches des éprouvettes découpées par électroérosion par fil

La tranche des éprouvettes découpées par électroérosion a un aspect "granuleux", comme on peut le voir sur les *figures 54 et 55*, en raison des points de fusion superficiels créés par le passage du courant entre l'éprouvette et l'électrode. Ces gouttes de fusion conservent la forme sphéroïde caractéristique de l'ancienne phase liquide. Des copeaux ou des traces d'action mécanique auraient en effet créé des formes anguleuses.

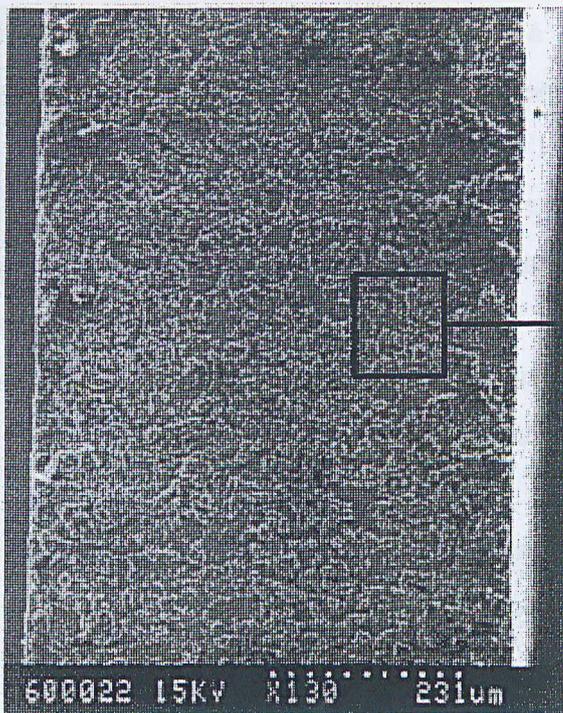


Figure 54 : Tranche obtenue par électroérosion

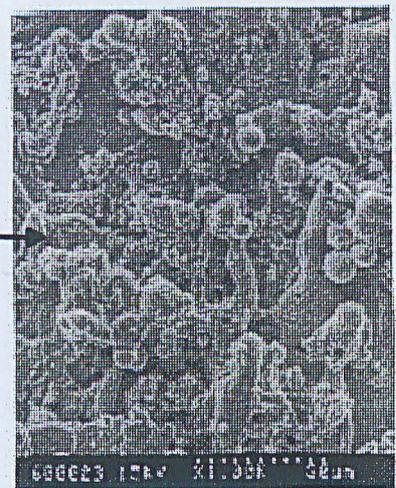
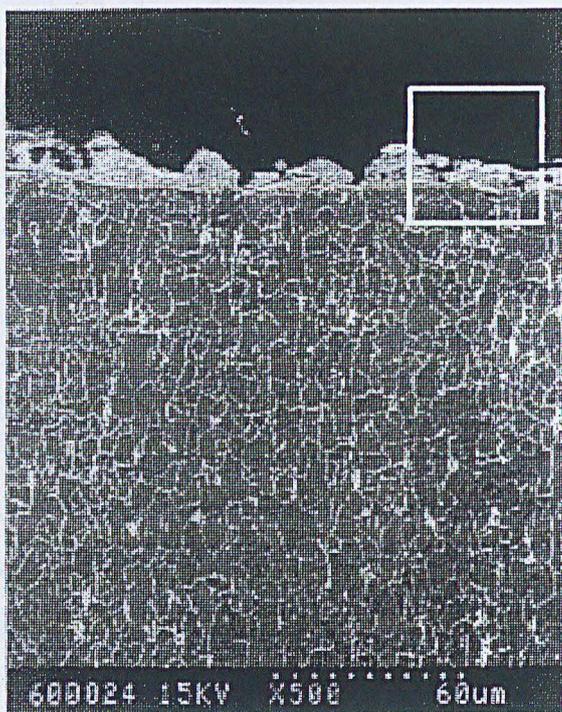


Figure 55 : détail de la surface obtenue par électroérosion



← Figure 57 : Tranche obtenu par électroérosion (coupe transversale)

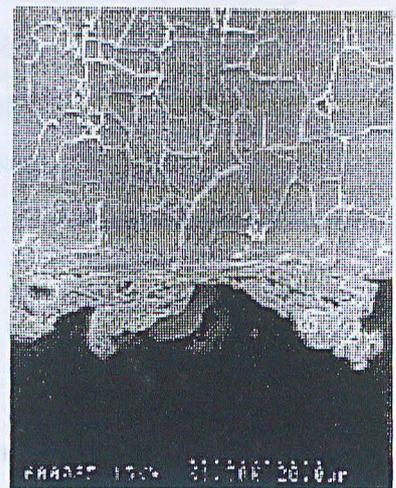


Figure 58 ↑ : détail de la tranche vue en coupe transversale

Le spectre d'analyse E.D.S. (energy dispersion spectroscopy) de la *figure 56* réalisé en surface de la tranche montre que celle-ci est oxydée et que, au fer de base, se sont additionnés du zinc et du cuivre. Le zinc provient du revêtement galvanique qui recouvrait la tôle. Le cuivre est issu de l'électrode. Le carbone présent est issu en partie de la préparation de l'échantillon pour l'analyse S.D.L. et en partie d'une pollution liée à la découpe.

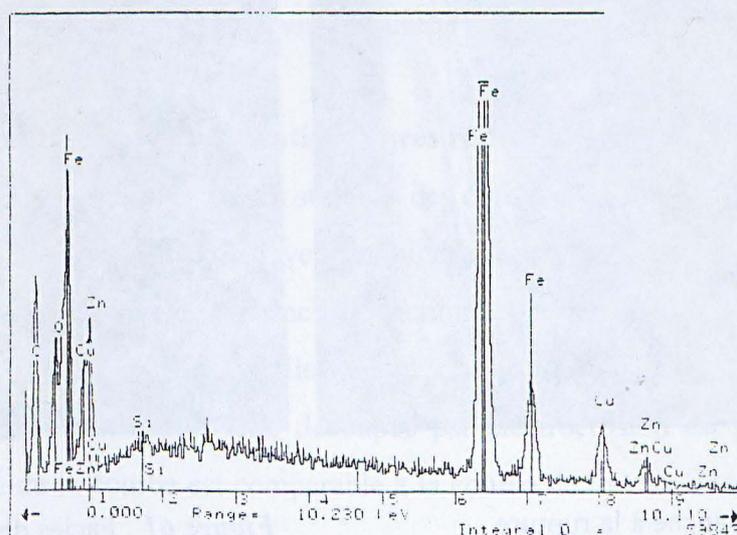


Figure 56 : Spectre d'analyse EDS réalisé en surface de la tranche d'une éprouvette découpée par électroérosion à fil

Les micrographies réalisées suivant une coupe transversale, donnant les *figures 57* et *58*, montrent qu'en deçà des gouttes de fusion, la structure de l'acier n'est pas affectée par la découpe.

Les gouttes solidifiées sous forme d'excroissances forment des vaguelettes qui se retrouvent dans les mesures de rugosité (*figure 59*). Les valeurs de Ra, Rt et Rp sont dans ces conditions respectivement de 3,8 μm , 24,8 μm et 12 μm .



Figure 60 : Tranche à la rupture au voisinage de la striction (éprouvette découpée par électroérosion)

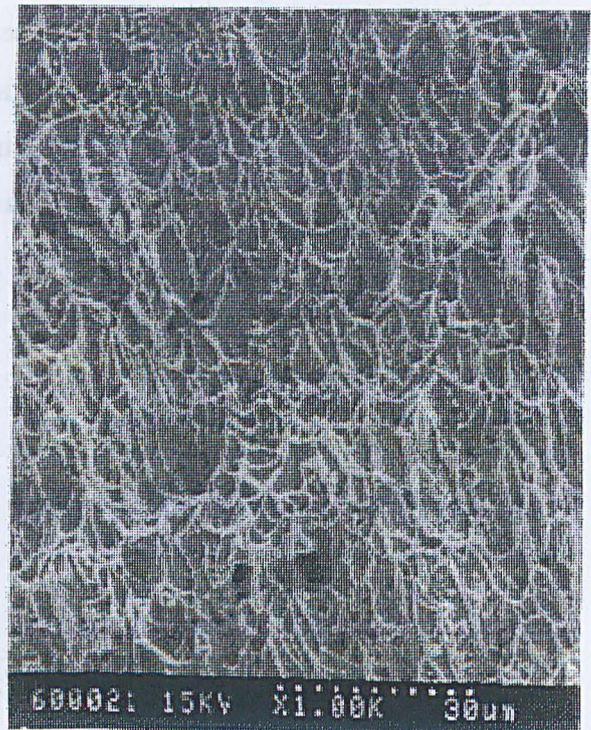


Figure 61 : Faciès de rupture ductile (éprouvette découpée par électroérosion)

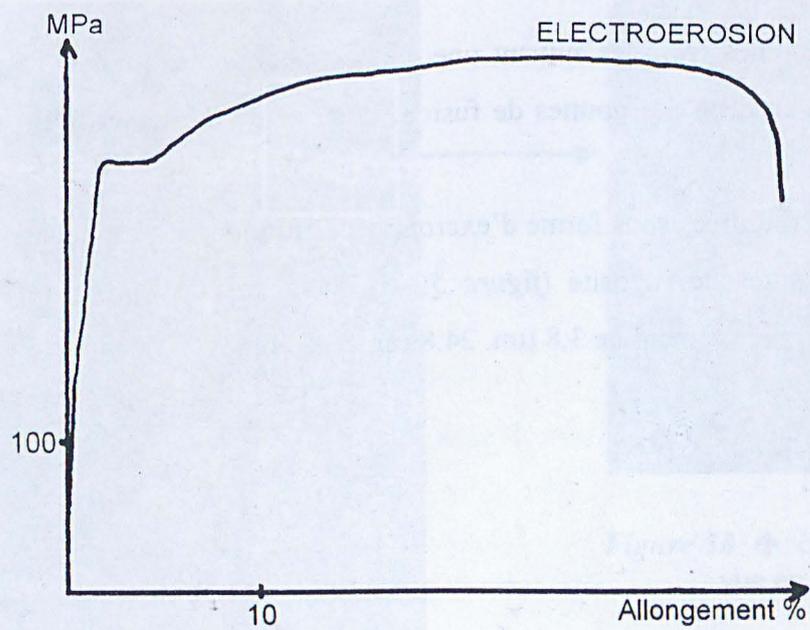


Figure 62: Courbe de traction d'une éprouvette découpée par électroérosion

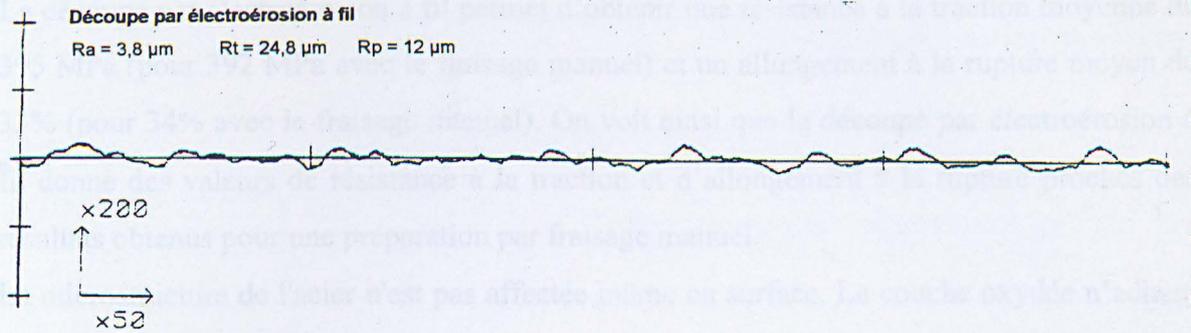


Figure 59 : Rugosité de la tranche d'une éprouvette découpée par électroérosion à fil

II. 15. 3 - Observations après rupture par traction

L'observation des tranches montre que la striction des éprouvettes après rupture par traction est intervenue sans que l'on puisse observer la moindre fissuration secondaire. La figure 60 présente la topographie typique de la zone de striction observée après rupture par traction. Le faciès de rupture est parfaitement ductile à cupules profondes (figure 61).

La courbe de traction d'une éprouvette découpée par électroérosion est présentée par la figure 62. La forme de la courbe est comparable à la courbe de traction théorique présentée au début de ce paragraphe.

II. 15. 4 - Caractéristiques mécaniques obtenues avec les éprouvettes découpées par électroérosion à fil

On retrouve dans le tableau 63 l'ensemble des résultats obtenus pour la série d'éprouvettes découpées par électroérosion à fil et comparés avec les résultats des essais de traction de référence (fraisage manuel Erichsen avec fraise neuve à 40000 tr/min).

Découpe par électro érosion à fil

	Re (MPa)	Rmax (MPa)	A%
essai n°1	327	395	32
essai n°2	326	396	33
essai n°3	321	394	32
essai n°4	324	394	34
moyenne	325	395	33
écart type	2.6	1.0	0.9

Fraisage Erichsen 40000 tr/min

	Re (MPa)	Rmax (MPa)	A%
essai n°1	310	391	31
essai n°2	312	388	39
essai n°3	323	396	33
moyenne	315	392	34
écart type	7.0	4.0	4.4

Tableau 63 : Résultats des essais de traction sur éprouvettes de 0,6 mm découpées par électroérosion à fil et fraisées (GC2)

La découpe par électroérosion à fil permet d'obtenir une résistance à la traction moyenne de 395 MPa (pour 392 MPa avec le fraisage manuel) et un allongement à la rupture moyen de 33% (pour 34% avec le fraisage manuel). On voit ainsi que la découpe par électroérosion à fil donne des valeurs de résistance à la traction et d'allongement à la rupture proches des résultats obtenus pour une préparation par fraisage manuel.

La microstructure de l'acier n'est pas affectée même en surface. La couche oxydée n'adhère pas, aussi n'influence-t-elle pas la résistance à la traction et l'allongement à la rupture. Seule la limite d'élasticité est légèrement supérieure. On peut supposer que le décollement de la couche alliée superficielle a lieu durant la phase de déformation élastique de l'éprouvette et agit avec un léger effet durcisseur sur la limite d'élasticité.

II. 16 - Synthèse sur les différents modes de préparation des éprouvettes de traction

L'objectif de cette étude était de vérifier comment le mode de préparation des éprouvettes de traction utilisé à MYRIAD pouvait perturber la caractérisation des propriétés mécaniques du matériau étudié. Pour mettre en évidence l'importance des conditions d'usinage des éprouvettes de traction, nous avons comparé plusieurs modes de préparation : poinçonnage (P), fraisages variés (F4 : 40000 tr/min, F2 : 20000 tr/min), découpe par laser (L), jet d'eau (J) et électroérosion à fil (E).

La synthèse des plages de variation des résultats des essais de traction est présentée dans les tableaux 64 et 65 suivants :

Re (Mpa)	300				305					310					315					320
P																				
F4										309										
L																				317
J																				306

Rmax (MPa)	358		360							365					370						377			380
P																								
F4																								
L																								
J																								

A%	22		26							30					36						40	
P																						
F4																						
L																						
J																						

Tableau 64 : Synthèse des résultats des essais de traction réalisés sur les séries d'éprouvettes selon les différents modes de préparation. (La valeur moyenne est indiquée dans chaque barrette)

Re (Mpa)	310				315					320					325					330
F4					315															
E															324					

Rmax (MPa)	385				390					395										400
F4									392											
E					395															

A%	22			25						30						35					40
F4																34					
E												33									

Tableau 65 : Synthèse des résultats des essais de traction réalisés sur les séries d'éprouvettes réalisées par électroérosion et fraisage. (La valeur moyenne est indiquée dans chaque barrette)

Deux modes de préparation sont à rejeter en raison de leur forte influence sur les propriétés mécaniques mesurées par l'essai de traction :

- Le poinçonnage utilisé seul est critique pour la validité des résultats de l'essai de traction, affectant la striction de l'éprouvette au cours de l'essai. L'écrouissage du matériau et les amorces de déchirures sur les bords poinçonnés de l'éprouvette réduisent les possibilités de déformation plastique de l'acier, occasionnant principalement une forte diminution de l'allongement à la rupture conduisant à une résistance à la traction apparente.
- La découpe par laser entraîne une augmentation sensible de la résistance à la traction accompagnée d'une diminution de l'allongement à la rupture. Sous l'effet du choc thermique subi par les bords de l'éprouvette et du changement de structure qui en découle, la découpe laser affecte les caractéristiques mécaniques de l'éprouvette.

Concernant les rugosités des surfaces des tranches des éprouvettes de traction préparées suivant les différents modes et reprises dans le *tableau 66*, la découpe jet d'eau donne les résultats de l'essai de traction les plus représentatifs du matériau pour la rugosité la plus importante.

	Ra (µm)	Rt (µm)	Rp (µm)
F4 : fraisage 40000 tr/min	1,2	7,4	3,2
F2 : fraisage 20000 tr/min	2,1	18,8	7,2
FA : fraisage automatique	0,8	11	3
L : découpe par laser	3,3	21	8
J : découpe par jet d'eau	10	62	24
E : découpe par électroérosion	3,8	24,8	12

Tableau 66 : Rugosités des tranches des éprouvettes pour les différents modes de préparation étudiés

Le fraisage, la découpe par jet d'eau et, dans une moindre mesure, la découpe par électroérosion à fil apparaissent comme les techniques les plus appropriées pour préparer les éprouvettes de traction. Elles donnent en effet, les meilleurs allongements à la rupture et n'entraînent pas de durcissement du matériau qui se traduirait par une augmentation de la résistance à la traction.

En conclusion, la caractérisation d'une bonne découpe des éprouvettes de traction en acier doux n'est pas liée à une faible rugosité mais à une topographie de la surface de découpe exempte d'entailles aiguës, entraînant la création de microfissures et donc, une rupture localisée de l'éprouvette. Le mode de préparation idéal pour les éprouvettes de traction ne doit pas générer de modification de la structure de l'acier qui, par un écrouissage, un changement de phase ou la création de contraintes internes importantes, influencerait les propriétés mécaniques.

II. 2 - L'ESSAI DE TRACTION APPLIQUE A LA QUALIFICATION DE L'APTITUDE A LA MISE EN FORME DES TÔLES MINCES

II. 21 - Introduction

Les domaines d'utilisation des tôles revêtues sont nombreux et variés. Le *tableau 67* illustre cette diversité.

Domaines d'utilisation	Quelques exemples
Bâtiment extérieur	couverture, bardage
Bâtiment intérieur	sous-plafond, cloison, luminaire, menuiserie métallique, mobilier métallique, rayonnage
Electroménager	produits blancs congélateurs, machines à laver, produits bruns, petit électroménager, friteuse, mini-four, grille-pain, ...
Automobile	pièces de carrosserie, pièces sous capot

Tableau 67 : Synthèse des différentes utilisations des tôles revêtues [ESC95]

Chacune de ces utilisations demande des aptitudes particulières à la tôle revêtue afin d'être adaptée à la mise en œuvre finale du produit. Ces caractéristiques peuvent être classées en trois grandes catégories qui sont :

- l'aptitude à la mise en forme,
- les qualités d'adhérence des revêtements métalliques et organiques,
- la résistance à la corrosion.

Les principaux procédés utilisés lors de mises en forme de tôles minces sont le profilage, le pliage et l'emboutissage. Le profilage et le pliage sont les principales transformations que l'on rencontre chez les clients de MYRIAD. L'emboutissage, et surtout l'emboutissage profond, sont beaucoup plus largement répandus dans le secteur de l'automobile.

Après mise en forme que ce soit par liage, profilage ou emboutissage, une pièce ne doit comporter aucun défaut :

- soit en volume : rupture, amincissement local, pli, cloque, vermiculures
- soit en surface : rayures, perte de revêtement.

L'aptitude à la mise en forme est délicate à quantifier de façon globale car la déformation généralement multidirectionnelle appliquée à la tôle est spécifique à chaque mise en œuvre et l'apparition de ces défauts est donc difficilement prévisible. L'aptitude à la mise en forme est déterminée d'une part, par les possibilités de la bande d'acier revêtue à subir telles ou telles déformations et d'autre part, par ses caractéristiques de surface. Elle dépend donc de la composition chimique du substrat d'acier, mais également de ses propriétés mécaniques, de sa texture cristallographique et des revêtements métalliques et organiques qui recouvrent sa surface. L'outillage est également d'une grande importance dans la réussite de la mise en œuvre.

Dans le but de mieux préciser le comportement des tôles minces lors de la mise en œuvre chez nos clients, nous avons réalisé un tour d'horizon des essais les plus courants utilisés pour la caractérisation des performances au formage. Après avoir listé les différents essais de mise en forme, dont les essais d'emboutissage sont les plus connus, et expliqués en quoi ils ne répondent pas à notre attente, nous avons recherché un contrôle interne qui soit simple, reproductible et rapide. Face à la multitude et à la spécificité des modes de déformation mis en œuvre par chaque transformateur de tôle prélaquée, il s'est avéré impossible d'imaginer un essai unique réalisable en contrôle continu par les opérateurs sur la ligne. La norme elle-même, définissant les spécifications finales des tôles et bandes en acier doux galvanisées à chaud et en continu pour formage à froid [EN142], ne précise aucun paramètre, ni aucune valeur propre au formage. Il est uniquement fait référence à l'essai de traction pour lequel des limites d'acceptation sont définies pour la limite d'élasticité, la résistance à la traction et l'allongement à la rupture.

Pourtant, malgré ces limites pour qualifier le comportement de la tôle lors de sa mise en forme, nous expliquerons les raisons qui nous ont conduites à choisir l'essai de traction face à la spécificité, voire la complexité, des essais simulatifs, l'absence d'essai permettant de caractériser l'aptitude au profilage et le peu d'intérêt de l'essai de pliage

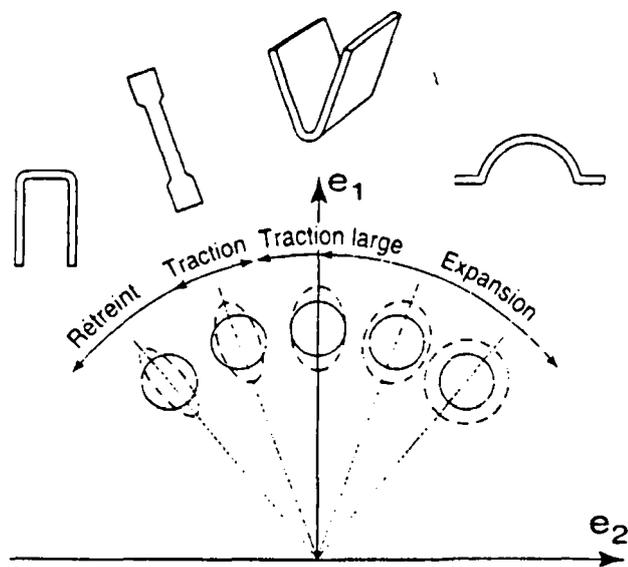


Figure 68 : Les différents modes de déformation [CET75]

II. 22 - Les essais spécifiques à différentes mises en forme

La mise en forme des tôles minces met en jeu deux grands modes de déformation qui sont (*figure 68*) :

- l'expansion : les deux contraintes principales sont de même signe. Le métal est déformé par tension dans toutes les directions ; il s'amincit,
- le rétreint : les deux contraintes principales sont de signe opposé. Cela correspond soit à un très léger amincissement de la tôle, soit dans certains cas, à un épaissement de la tôle.

Il est intéressant de noter que la traction uniaxiale est un état limite entre l'expansion et le rétreint.

Il existe un certain nombre de tests destinés à contrôler l'aptitude à la mise en forme suivant chacun des modes de déformation : rétreint, traction, expansion. On peut classer ces tests suivant deux catégories :

- les essais simulatifs, essais complexes qui font intervenir simultanément divers modes de déformation,
- les essais élémentaires faisant intervenir un mode de déformation uniforme, par exemple l'essai de traction simple.

II. 22. 1 - La déformation par pliage et profilage

- *Le pliage* :

Comme nous l'avons décrit au paragraphe I. 62.2, l'essai de pliage simple permet de déterminer l'état de recuit de l'acier après un pli à bloc. Dans le cas des tôles galvanisées ou laquées, seul le revêtement organique ou zinc peut parfois limiter les performances des tôles au pliage par une fissuration excessive au sommet du pli. Dès lors ou l'acier est parfaitement recuit, l'essai de pliage simple ne permet pas de quantifier l'aptitude à la mise en forme.

- *Le profilage* :

Le profilage est une transformation de l'acier en continu entre galets visant à former des ondulations ou des nervures de différentes profondeurs et suivant un pas donné. La déformation est graduelle. Les principaux défauts rencontrés en profilage sont les griffes et rayures en surface et l'apparition de lignes de déformation dites plis ou vermiculaires au

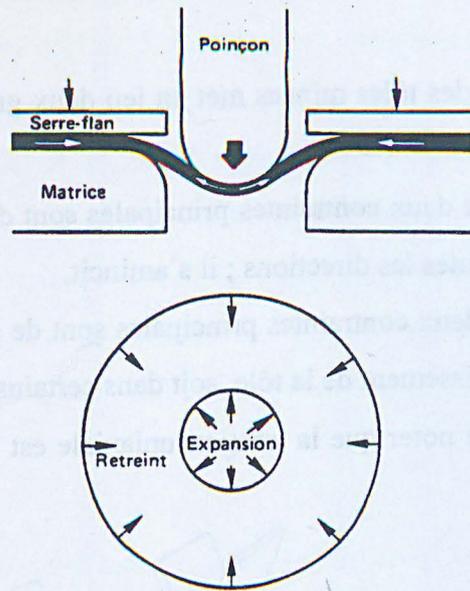


Figure 69 : Principe de l'emboutissage [BEN91]

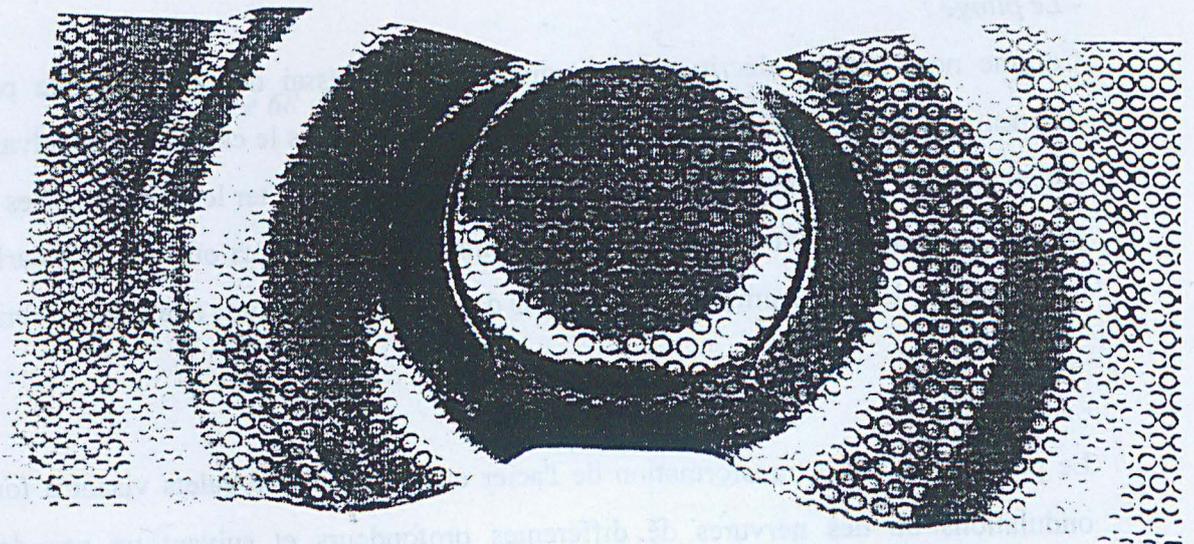


Figure 70 : Exemple de grille appliquée sur une pièce emboutie [QUA98]

creux des nervures ou des ondulations. A notre connaissance, il n'existe pas d'essai simulatif du profilage. Il faut savoir que ce secteur d'activité compte encore beaucoup de très petites unités de production ou l'expérience fait loi.

II. 22. 2 - Les essais d'emboutissage simulatifs

L'emboutissage est une transformation mécanique multidirectionnelle visant à donner une forme plus ou moins complexe à la tôle. Les outils d'emboutissage sont généralement composés d'un poinçon et d'une matrice qui dictent la forme à la tôle et d'un serre-flan qui maintient la pièce pendant l'opération de formage, comme on peut le voir sur le schéma de la *figure 69*.

On apprécie l'aptitude à l'emboutissage par :

a/ La mesure de la déformation du motif d'une grille préalablement appliquée sur la tôle (*figure 70*).

Cette technique permet de mesurer directement les déformations d'une pièce emboutie en déterminant les directions de contraintes principales (axes de déformation des motifs de la grille) et les valeurs de déformations principales selon ces axes. La précision et la signification des mesures sur grilles dépendent de la nature, des dimensions du motif et de la localisation de la rupture par rapport au motif. Le principal inconvénient de cet essai est la technicité et la précision exigée pour l'impression de la grille sur l'échantillon [CET75] [POM].

b/ La mesure d'épaisseur de la tôle en tout point de la coupelle (*figure 71*),

c/ La mesure de la profondeur de la coupelle. Nous ne citerons ici que les trois essais les plus courants :

- essai Erichsen : on mesure la pénétration du poinçon hémisphérique au moment où apparaît la première amorce de fissure. La mesure, appelée indice Erichsen I_E , est une mesure d'emboutissage en expansion. L'essai est présenté en détail au chapitre I.

62. 3.

- essai de coupelle conique Fukui (*figure 72*) [ESC95] : l'action du poinçon sur la tôle produit un rétreint du flan suivi, en fin d'opération, d'une expansion sous le nez du poinçon jusqu'à la rupture.

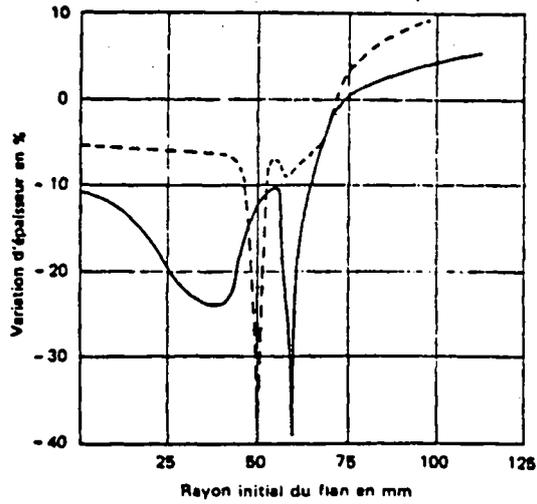


Figure 71 : Variation de l'épaisseur d'une tôle en tous points d'une coupelle après essai d'emboutissage [POM]

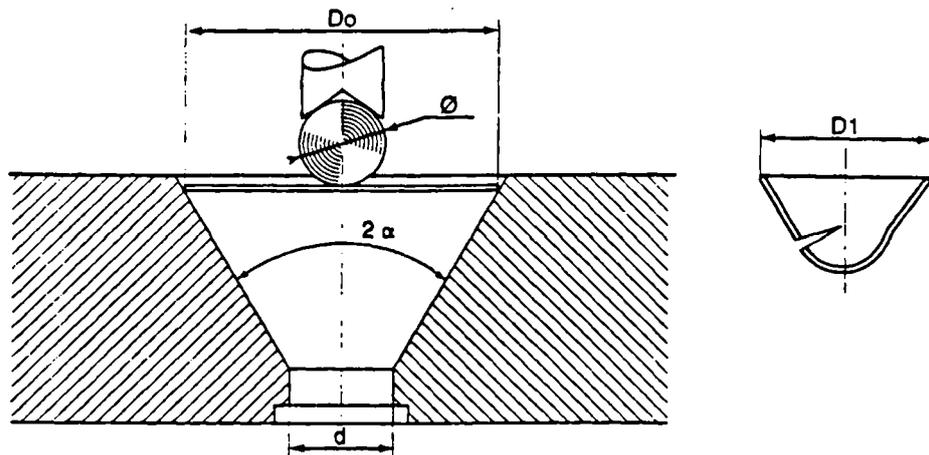


Figure 72 : Principe de l'essai de coupelle conique Fukui [ESC95]

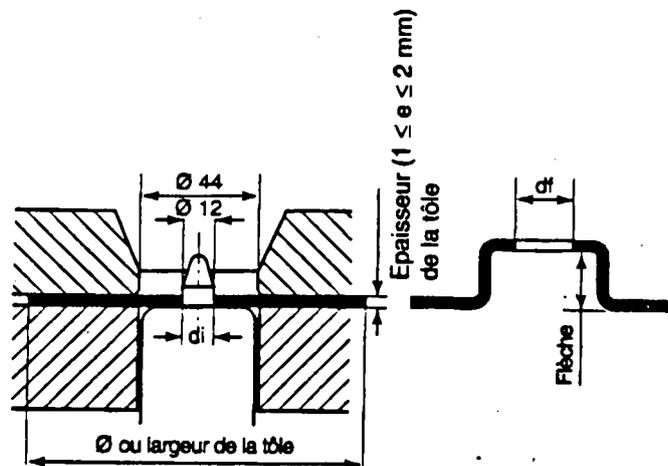


Figure 73 : Principe de l'essai d'expansion d'un trou KWI [ESC95]

d/ La mesure de l'expansion d'un trou

- Essai d'expansion d'un trou KWI (*figure 73*) [ESC95] : le poinçon est cylindrique à fond plat muni d'un plot de centrage. Le flan est percé d'un trou circulaire correspondant au diamètre du plot de centrage. L'action du poinçon produit une expansion du trou. On détermine alors l'allongement circonférentiel lors de l'apparition de la fissure au bord du trou.
- TERACHER définit un essai un peu différent consistant à emboutir à l'aide d'un poinçon hémisphérique un flan percé d'un trou circulaire jusqu'à l'apparition de la première fissure en périphérie du trou [TER95].

La mesure est donnée par :

$$(d - d_0) / d_0$$

d_0 : diamètre initial du trou,

d : diamètre expansé en début d'apparition de criques.

Cet essai permet de comparer les performances de différents matériaux pour une épaisseur donnée. Il est particulièrement sensible à l'état métallurgique du matériau mais souffre d'une forte dispersion des résultats, due à l'influence de l'état de finition du trou.

L'emboutissabilité, dans tous ces essais d'emboutissage de coupelle, est caractérisée par la striction localisée qui est la limite d'utilisation d'un acier et peut se traduire par deux critères,

- le rapport limite d'emboutissage LDR associé à un essai (Limit Drawing Ratio) dans le cas des essais de rétreint :

$$LDR = D / d$$

avec D : diamètre maximum du flan sans rupture

d : diamètre du poinçon

- la courbe limite de formage qui relie tous les points de déformation e_i , où apparaît la striction localisée suivant les deux ou trois directions. Mais les courbes de formage sont difficiles à établir et à utiliser [COL94].

Comme nous venons de le voir, tous ces essais d'emboutissage simulatifs sont très variés, se différenciant par la forme du poinçon, la préparation de l'échantillon (application d'une grille, percement d'un trou). De plus, le paramètre frottement entre l'échantillon, le poinçon

et la matrice influence fortement les résultats de l'essai [FEL93]. Dans ces conditions, la parfaite connaissance de l'aptitude à l'emboutissage nécessite également la mesure du coefficient de frottement de Coulomb. Il apparaît donc que pour chaque mise en forme industrielle, il soit nécessaire de définir l'essai approprié simulant parfaitement les conditions et les chemins de déformation. Il faut remarquer que dans ce domaine la tendance soit à l'utilisation de plus en plus répandues des logiciels de simulation par éléments finis.

II. 22. 3 - L'essai de traction appliqué à la mise en forme

L'essai de traction a l'avantage d'apporter beaucoup d'informations sur les caractéristiques élastiques et plastiques du matériau et d'être indépendant des conditions de surface. Il a toutefois l'inconvénient d'être un essai uniaxial sur éprouvette, dans une direction donnée de la tôle. Les critères mécaniques classiques, limite d'élasticité, résistance à la traction, allongement à la rupture, ne permettent pas toujours à eux seuls d'interpréter le comportement du métal. Il peut être intéressant pour définir l'aptitude à l'emboutissage d'un matériau de définir les critères r coefficient d'anisotropie et n coefficient d'écroutissage.

II. 22. 31 - Le coefficient d'anisotropie r

Lankford a proposé dès 1950 un critère d'emboutissabilité noté r et défini par [LAN50] :

$$r = \ln(w_0 / w) / \ln(e_0 / e)$$

avec w : largeur de la tôle
 e : épaisseur de la tôle.

La mesure de r se fait grâce à l'essai de traction [NF658]. Il se détermine en arrêtant l'essai après une déformation suffisante pour avoir apparition de la striction dans la largeur de l'éprouvette. On mesure alors l'allongement de la base de la mesure et la contraction latérale moyenne.

Une valeur importante de r indique une forte résistance à l'amincissement de la tôle et doit correspondre à une grande capacité de déformation avant la formation d'une striction. On favorise un r élevé pour réaliser les pièces en rétreint [PAR73]. A noter qu'il est possible pour les déformations en rétreint de relier LDR et r [CET75].

Le coefficient de Lankford ou coefficient d'anisotropie r représente donc le rapport de la diminution de largeur à la diminution de l'épaisseur quand le métal s'allonge. Lorsqu'il

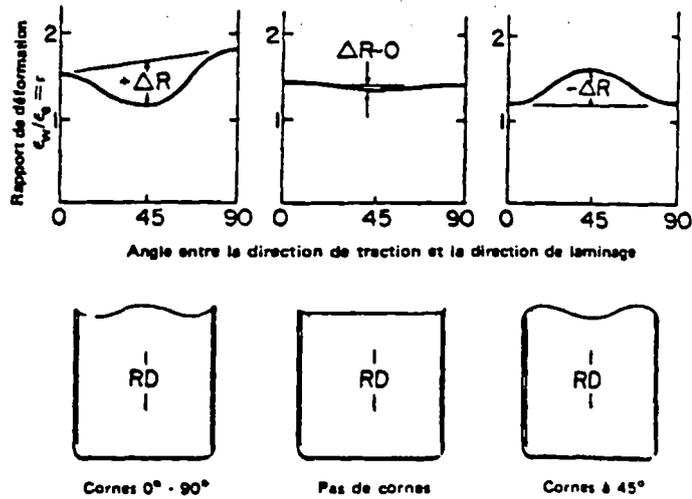


Figure 74 : Corrélation entre la forme des courbes de variation de r dans le plan de la tôle, Δr et la position des cornes d'emboutissage [POM]

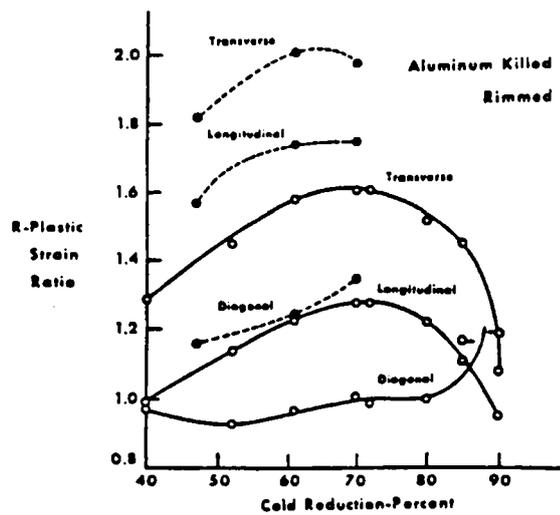


Figure 75 : Evolution du coefficient d'anisotropie en fonction du taux d'écroutissage [HEY]

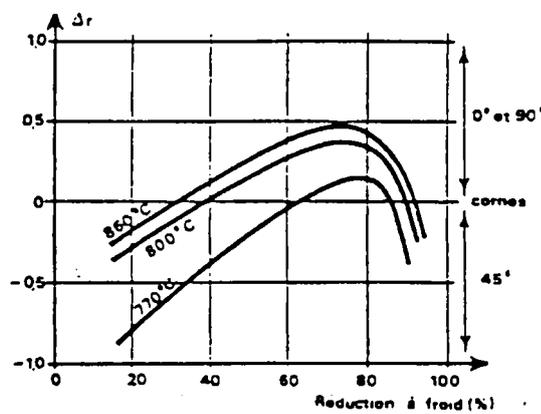


Figure 76 : Influence du taux de réduction sur le coefficient d'anisotropie plane Δr [CET75]

existe une texture cristallographique, il est important de déterminer r pour chaque direction. La valeur de r est alors donnée par sa valeur moyenne :

$$\bar{r} = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} r(\alpha) d\alpha$$

On utilise généralement une approximation qui est le coefficient d'anisotropie normale moyen r_{nm} pour définir l'aptitude au rétreint :

$$r_{nm} = (r_0 + 2r_{45} + r_{90}) / 4$$

Seul le coefficient d'anisotropie normale moyen r_{nm} ayant été utilisé dans cette étude, nous désignerons dans la suite plus simplement r_{nm} par r .

On définit également le coefficient d'anisotropie plane moyen qui traduit la hauteur des « cornes » d'emboutissage (*figure 74*) :

$$Dr = (r_0 - 2r_{45} + r_{90}) / 2$$

Ces cornes d'emboutissage sont liées à une anisotropie des propriétés mécaniques du matériau, c'est à dire que la réponse du matériau à la déformation est différente suivant la direction.

On montre que le coefficient d'anisotropie dépend des conditions de transformation de l'acier, température de bobinage, taux de réduction, présence éventuelle de skin-pass, de sa composition chimique, et en particulier présence de précipités de nitrures d'aluminium jouant sur la texture du recuit et de la teneur en cuivre de l'acier. La *figure 75* [HEY] montre par exemple que r tend à diminuer quand le taux de réduction devient important. De même pour Dr qui est maximum entre 70 et 80% de réduction (*figure 76*).

II. 22. 32 - Le coefficient d'érouissage n

Le coefficient d'érouissage n s'établit par le calcul de la courbe rationnelle de traction et l'identification de son équation type [NF659] :

$$\sigma = K \varepsilon^n$$

$$\ln \sigma = n \ln \varepsilon + \ln K$$

avec $\sigma = F / S$ et $\varepsilon = \ln l/l_0$

La pente de la droite correspondante dans un diagramme log-log donne la valeur de n .

De même que pour r , en raison de l'anisotropie de la tôle, on obtient en tenant compte de toutes les orientations une valeur moyenne de n :

$$\bar{n} = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} n(\alpha) d\alpha$$

Ce calcul nécessite la connaissance de la longueur instantanée de la base de mesure et donc l'utilisation d'un extensomètre.

On utilise, de la même façon que pour r , une approximation conduisant au coefficient d'écroûissage normal moyen n_{nm} (que l'on désignera simplement n dans la suite du document) pour définir l'aptitude à l'expansion :

$$n = (n_0 + 2n_{45} + n_{90}) / 4$$

ARBEL a montré en 1950 sur des essais "coupelle" que le coefficient d'écroûissage qualifie l'aptitude à l'expansion d'un matériau. Une valeur élevée du coefficient d'écroûissage n favorise ainsi la déformation par expansion. Toutefois, ce résultat dépend fortement du mode de sollicitation comme l'ont montré par la suite LANKFORD ou SWIFT (1952).

Dans le cas d'une déformation par pliage (flexion, traction), il y a amincissement du métal sous l'effet du déplacement de la fibre neutre lors du pli sur l'outil. Il y aurait rupture du métal si la résistance à la déformation n'augmentait du fait de l'écroûissage. On parle alors de taux de consolidation. R.H. HEYER [HEY] définit ainsi un taux de consolidation relatif Re/R_{max} qui varie inversement au coefficient d'écroûissage n .

Le coefficient d'écroûissage n dépend essentiellement de la composition chimique et en particulier, de la teneur en aluminium et en carbone entraînant une augmentation de n sous l'effet des précipités ainsi que du cuivre, des conditions de transformation du métal en particulier du taux d'écroûissage lors du laminage à froid, du recuit de recristallisation et donc de la taille de grain, d'un skin-pass éventuel et enfin du vieillissement [CET75].

En conclusion, un matériau présentant une bonne aptitude au formage est caractérisé par :



Figure 77 : Coefficient de frottement dynamique Kd pour différents types de revêtements métalliques et organiques

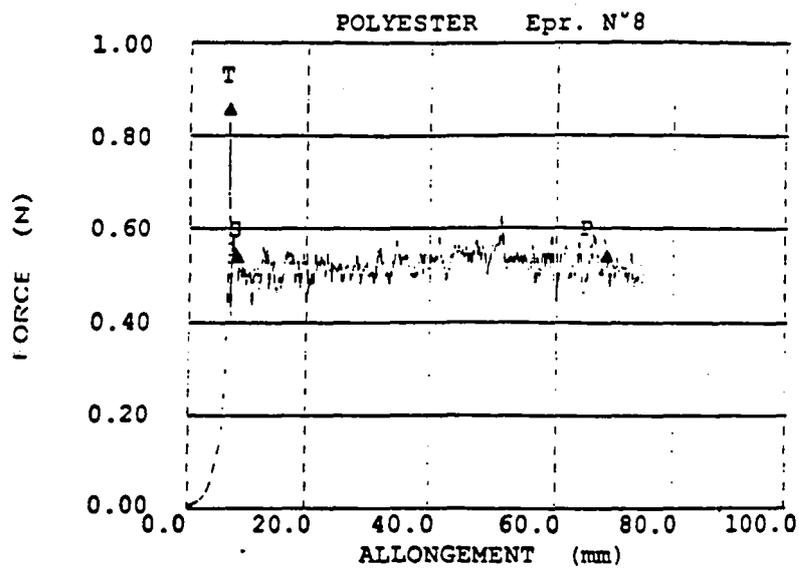


Figure 78 : Exemple de courbe de frottement obtenue pour une tôle mince revêtue d'une laque polyester

- un coefficient d'anisotropie normale moyen r élevé favorisant la déformation en rétreint,
- un coefficient d'anisotropie plane moyen D_r égal à zéro pour une déformation homogène de la tôle dans toutes les directions,
- un coefficient d'écroutissage n élevé favorisant la déformation en expansion.

II. 23 - Traction sur des tôles minces en aciers doux en fonction de leur aptitude au formage

Tous les essais d'emboutissage, comme nous avons pu le voir précédemment, sont fortement dépendants des frottements liés à l'état de surface de la pièce, de l'outillage et à la lubrification. Ce point s'est vite révélé incompatible avec la diversité de produits revêtus et donc des états de surface proposés par MYRIAD. Pour s'en rendre compte, il suffit de regarder le diagramme de la *figure 77*. Elle représente les valeurs de coefficient de frottement dynamique K_d mesurées en faisant glisser un patin d'acier chromé sur différentes surfaces représentatives de la gamme des produits, suivant des conditions d'essai que nous avons spécialement mis au point pour les tôles minces galvanisées et prélaquées [ANT98].

Le coefficient de frottement dynamique K_d est déterminé par l'équation de Coulomb à partir de la courbe de frottement dont un exemple est donné par la *figure 78*.

L'équation de Coulomb est donnée par :

$$K_d = F_{S,P} / Mg$$

avec $F_{S,P}$ force moyenne entre les points S et P de la courbe de frottement nécessaire pour faire glisser le poids Mg sur une surface horizontale.

L'essai de traction étant déjà utilisé couramment comme contrôle final du produit, nous avons souhaité mieux exploiter les résultats apportés par cet essai afin de qualifier également l'aptitude au formage d'une tôle revêtue.

Nous allons donc essayer de relier les paramètres résultant de l'essai de traction avec l'aptitude à la mise en forme de différents aciers de production. Nous avons choisi d'utiliser des matériaux reconnus pour donner de très bons résultats pour des emboutissages sévères et d'autres qui sont utilisés dans le cadre de déformations moins importantes.

Les matériaux utilisés pour réaliser cette étude sont les suivants :

- les aciers doux dits GC, dont les spécifications sont celles de la nuance FeP02 suivant la norme EN 10142, ont une limite d'élasticité inférieure à 500 MPa et un allongement à la rupture supérieur à 22 %. Les domaines d'utilisation sont très divers et vont du profilage, au pliage et à l'emboutissage léger ;
- les aciers au bore. Ils font partie de la nuance FeP02, mais la présence de bore dans la composition chimique limite le vieillissement de l'acier et donc réduit le palier à la limite d'élasticité, ainsi les risques de plis ou de vermiculures (bandes de Piobert - Lüders) lors des opérations de mise en forme. Ces aciers sont recommandés pour certains profilages ;
- les aciers extra-doux dits GE. Ils sont classés dans la nuance FeP03 suivant la norme EN 10142 et les spécifications donnent une limite d'élasticité inférieure à 300 MPa, une résistance à la traction inférieure à 420 MPa et un allongement à la rupture supérieur à 26%. Ils sont utilisés pour les emboutissages sévères.

	nuance acier	revêtement métallique	revêtement organique	taux de réduction	domaine d'utilisation
GC peint	FeP02	galvanisé	laque polyester	72 %	divers
GC1	FeP02	galvanisé	sans	76 %	divers
GC3	FeP02	galvanisé	sans	56 %	divers
GC2	FeP02	galvanisé	sans	44 %	divers
GE	FeP03	galvanisé	sans	45 %	emboutissage
Bore 1	FeP02	galvanisé	laque polyester	75 %	profilage
Bore 2	FeP02	galvanisé	laque polyester	80 %	profilage

Tableau 79 : Caractéristiques des différentes tôles minces d'acier revêtu utilisées pour l'étude de l'aptitude au formage

	C	Mn	S	P	Si	Cu	Ni	Cr	Mo	B	Al	N
GCpeint	62	300	13	7	7	11	24	17	3	*	49	2.1
GC1	71	286	7	17	9	12	22	20	5	*	54	1.9
GC3	42	259	5	4	16	40	32	25	*	*	23	1.5
GC2	40	220	16	11	6	11	25	19	1	*	58	3.5
GE	1	130	5	13	10	*	*	*	*	*	40	*
Bore 1	28	191	7	7	10	*	*	*	*	3.4	33	2
Bore 2	36	197	6	8	9	10	17	14	*	3	30	3

Tableau 80 : composition des aciers utilisés pour l'étude de l'aptitude au formage (millièmes de %)

II. 23. 1 - Influence du sens de prélèvement de l'éprouvette sur les résultats de l'essai de traction

Pour chaque produit, nous avons réalisé des essais de traction suivant trois directions de prélèvement des éprouvettes afin de mettre en évidence l'anisotropie des propriétés mécaniques de chaque matériau testé. Les directions de prélèvement sont définies par rapport au sens de laminage à froid de la tôle mince à savoir :

- le sens travers (T), perpendiculaire au sens de laminage ;
- le sens long (L), parallèle au sens de laminage ;
- le sens diagonal (D), pour un angle de 45° par rapport au sens de laminage.

Les essais de traction ont été réalisés suivant les conditions opératoires présentées au paragraphe I. 61. La limite d'élasticité et la résistance à la traction obtenues pour chaque série de trois éprouvettes ainsi que l'écart sur la caractéristique en fonction de la direction de prélèvement sont regroupés dans le *tableau 81*.

	%red	Re (T)	Re(L)	Re(D)	DRe(sens)
GCpeint	72	352	348	365	8.89
GC1	76	324	307	316	8.50
GC3	56	361	320	332	21.08
GC2	44	271	258	266	6.56
GE	45	206	196	205	5.51
Bore1	75	339	325	338	7.81
Bore2	80	337	316	338	12.42

	%red	Rmax (T)	Rmax(L)	Rmax(D)	DRmax(sens)
GCpeint	72	372	369	378	4.58
GC1	76	457	457	464	4.04
GC3	56	470	465	469	2.65
GC2	44	425	423	428	2.52
GE	45	363	362	363	0.58
Bore1	75	347	341	346	3.21
Bore2	80	367	366	375	4.93

Tableau 81 : Limite d'élasticité et résistance à la traction (MPa) par rapport à la direction de laminage à froid obtenues pour les différents produits

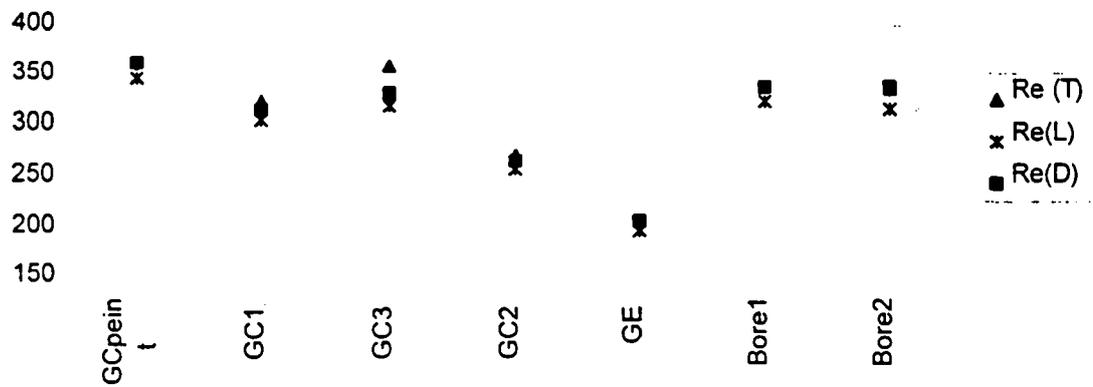


Figure 82 : Limite d'élasticité Re pour différents produits par rapport à la direction de laminage à froid

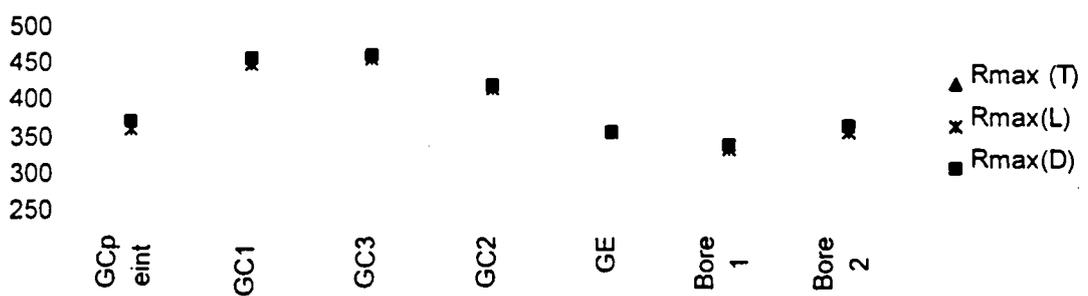


Figure 83 : Résistance à la traction R_{max} pour différents produits par rapport à la direction de laminage à froid

La *figure 82* donne la limite d'élasticité par rapport à la direction de laminage à froid pour chacun des produits testés. On remarque que la limite d'élasticité est toujours un peu plus basse suivant le sens long, et ce quel que soit le type de produit.

L'acier GE présente la limite d'élasticité la plus basse, de l'ordre de 200 MPa, et l'acier GC peint la plus haute, de l'ordre de 360 MPa. Pour un taux de réduction équivalent, l'acier GC1, uniquement galvanisé, présente par rapport au précédent une limite d'élasticité inférieure de l'ordre de 315 MPa. On observe au travers de ce résultat l'effet du vieillissement de l'acier GC peint du fait du cycle de cuisson de la peinture. Lorsque le taux de réduction lors du laminage à froid diminue, la limite d'élasticité diminue : de 320 MPa pour 76 % de réduction, R_e passe à 265 MPa pour 44 % de réduction. Ceci est lié à une taille des grains recristallisés plus importante pour les taux de réduction les plus faibles.

Les aciers au bore ont une limite d'élasticité proche du GC peint et de GC1. Pour tous ces produits, les écarts sur les mesures de limite d'élasticité en fonction de la direction de prélèvement sont relativement importants, supérieurs dans tous les cas à 5 MPa.

La *figure 83* présente la résistance à la traction R_{max} par rapport à la direction de laminage à froid. On observe, de même que pour R_e , que R_{max} est toujours inférieur pour le sens long. Les produits de type GC peint, Bore1, Bore2 et GE présentent les résistances à la traction les plus basses, soit entre 350 et 380 MPa. Les résistances à la traction les plus fortes sont obtenues pour les aciers GC, celles-ci étant d'autant plus élevées que le taux de réduction est important. Dans tous les cas, les écarts sur ces mesures par rapport à la direction de laminage sont inférieurs à 5 MPa.

Ces variations de limite d'élasticité et de résistance à la traction en fonction de la direction de laminage confirment le caractère anisotrope donc texturé des tôles minces d'acier galvanisées et laquées. Cette anisotropie est d'ailleurs beaucoup plus marquée pour la limite d'élasticité.

L'aptitude aux emboutissages sévères du GE est corrélée à une limite d'élasticité et à une résistance à la traction faibles.

L'acier au bore, présentant moins de défauts de profilage que l'acier GC, se différencie principalement par une résistance à la traction plus faible.

Nous pouvons simplement déduire de ces premières observations qu'un acier plus doux est plus favorable en général aux déformations et confirmer que les paramètres R_e et R_{max} sont insuffisants pour définir l'aptitude au formage des tôles minces.

II. 23. 2 - Mesure des critères d'emboutissage r , n

II. 23. 21 - Résultats obtenus par la méthode normalisée

- *Méthodes normalisées de détermination de r et n :*

- La détermination du coefficient d'anisotropie r est réalisée conformément à la norme NF A 03-658 [NF658]. Pour un allongement donné de l'éprouvette, r se détermine en mesurant la variation de la largeur. La déformation longitudinale de l'éprouvette est déduite du déplacement de la traverse mobile de la machine d'essai. Une mesure plus précise nécessiterait l'utilisation d'un extensomètre dont MYRIAD ne disposait pas au moment de nos essais. La valeur de la largeur, utilisée pour le calcul de r , est la moyenne de trois mesures régulièrement réparties le long de l'éprouvette, la première au milieu et les deux autres à 40 mm de part et d'autre. Les mesures de largeur sont réalisées au micromètre. Le coefficient d'anisotropie a ainsi été déterminé pour un déplacement de la traverse correspondant à un allongement de l'éprouvette de 15%, valeur suffisamment élevée pour minimiser les erreurs de mesures tout en restant bien inférieure à l'allongement à la striction.
- La détermination du coefficient d'écrouissage n est réalisée conformément à la norme NF A 03-659 [NF659]. Le coefficient d'écrouissage est défini par la pente de la droite de la courbe rationnelle de traction pour les déformations plastiques homogènes. On extrait un minimum de sept points de la courbe de traction dans la zone de déformation plastique à partir desquels on détermine les contraintes et les déformations vraies.

- *Mesures du coefficient d'anisotropie :*

Pour chacun des produits GC, GC peint, GE et acier au Bore, nous avons calculé le coefficient d'anisotropie normale moyen r et le coefficient d'anisotropie plane moyen D_r à partir des mesures réalisées suivant les trois directions de prélèvement. Le *tableau 84* donne les résultats numériques ainsi obtenus.

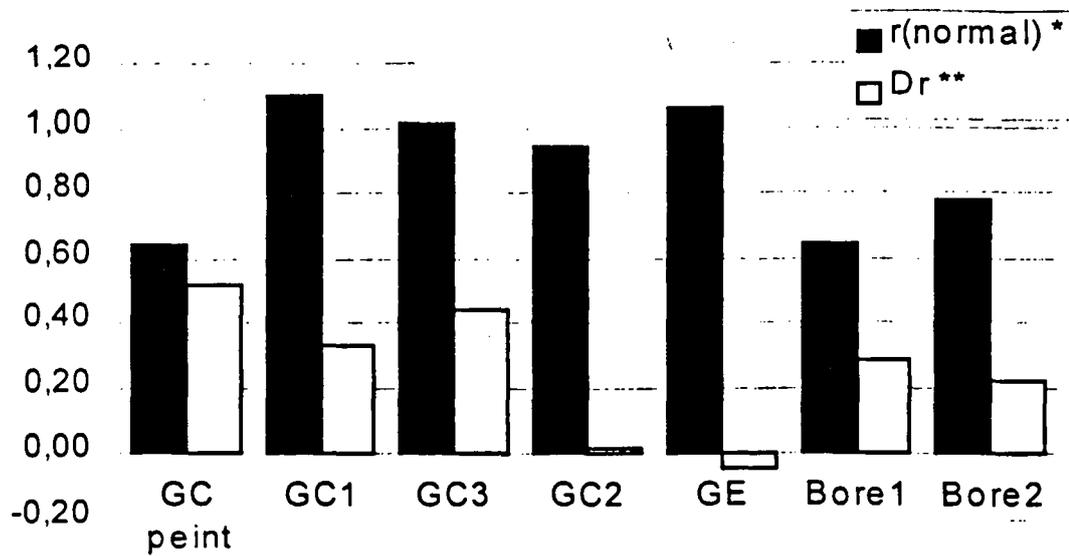


Figure 85 : Coefficient d'anisotropie normale moyen r et coefficient d'anisotropie plane moyen Dr pour différents produits en fonction de la direction de prélèvement par rapport à la direction de laminage à froid

$$* r(\text{normal}) = (r(0^\circ) + 2r(45^\circ) + r(90^\circ)) / 4$$

$$** Dr = (r(0^\circ) - 2r(45^\circ) + r(90^\circ)) / 2$$

	r(0°)	r(45°)	r(90°)	r(normal)	Dr
GCpeint	0.75	0.38	1.06	0.64	0.52
GC1	1.15	0.94	1.39	1.10	0.33
GC3	1.01	0.79	1.46	1.01	0.44
GC2	0.88	0.94	1.03	0.95	0.02
GE	0.94	1.08	1.13	1.06	-0.05
Bore1	0.64	0.50	0.92	0.64	0.28
Bore2	0.77	0.67	1.01	0.78	0.22

$$* r(\text{normal}) = (r(0^\circ) + 2r(45^\circ) + r(90^\circ)) / 4$$

$$** Dr = (r(0^\circ) - 2r(45^\circ) + r(90^\circ)) / 2$$

Tableau 84 : Synthèse des valeurs des coefficients d'anisotropie normale moyen et plane moyen obtenus pour les différents produits

La *figure 85* présente sous forme d'histogramme les valeurs de r et de Dr pour chacun des produits étudiés.

Plus le coefficient d'anisotropie est élevé, plus la tôle sera apte au formage en rétreint. On peut remarquer ainsi que les valeurs les plus élevées de r sont obtenues pour l'acier GC1 et GE avec respectivement 1,10 et 1,06. Les aciers GC1, GC3 et GC2 ont des valeurs de r assez proches, entre 0,95 et 1,10, variant proportionnellement au taux de réduction. L'évolution de r avec le taux de réduction est confirmée par les résultats sur les aciers au bore qui donnent respectivement pour 80 % et 75% de réduction un r de 0,78 et de 0,64. Les valeurs de coefficient d'anisotropie r les plus basses sont obtenues pour l'acier GC peint et les aciers au bore avec un r inférieur à 0,78.

Nous avons vu que le coefficient d'anisotropie plane moyen Dr est significatif, lorsqu'il est différent de 0, de l'apparition de cornes lors de l'emboutissage. Dans le cas des matériaux étudiés ici, l'acier GE utilisé largement pour des applications en emboutissage sévère a un coefficient d'anisotropie plane très faible de -0,05. Il en est de même pour GC2 qui se caractérise des autres produits GC par un faible taux de réduction 44 % et un Dr de 0,02. Les aciers au bore, utilisés préférentiellement pour certaines applications de profilage sévère, donnent des résultats de Dr de l'ordre de 0,25, soit inférieurs aux résultats obtenus pour les GC en général, dont le Dr est aux environs de 0,45. La valeur la plus élevée est obtenue pour le GC peint avec 0,52.

On met ainsi en évidence que la valeur seule du coefficient d'anisotropie normale moyen r n'est pas suffisante pour estimer l'aptitude au formage des tôles minces galvanisées et

laquées. Si l'acier GE, conformément à sa composition chimique et à ses applications, présente un r élevé, l'acier GC dont on connaît pourtant les limites d'utilisation en formage donne des valeurs proches, voire équivalentes. En revanche, la valeur du coefficient d'anisotropie plane moyen semble beaucoup plus significative des possibilités d'utilisation ultérieure des tôles minces. En effet, pour l'acier GE, le D_r proche de 0 définit un emboutissage sans cornes donc sans défaut de mise en forme. De même, l'acier au bore, pour lequel nous savons par expérience qu'il offre un meilleur comportement au profilage que les aciers GC, présente effectivement un D_r inférieur à celui obtenu pour les aciers GC. Nous voyons également pour les aciers GC qu'un faible taux d'écroissage peut éviter l'apparition des cornes d'emboutissage lors de la mise en forme.

- Mesures du coefficient d'écroissage :

Nous avons comparé le coefficient d'écroissage des aciers GC galvanisés avec l'acier GE dont nous connaissons le bon comportement au formage. Les résultats sont regroupés dans le *tableau 86* suivant :

	$n(0^\circ)$	$n(45^\circ)$	$n(90^\circ)$	$n(\text{normal})$
GC1	0.184	0.180	0.173	0.179
GC3	0.204	0.200	0.185	0.197
GC2	0.205	0.196	0.196	0.198
GE	0.212	0.202	0.207	0.206

Tableau 86 : Synthèse des valeurs des coefficients d'écroissage

On observe que le coefficient d'écroissage maximum, significatif d'une bonne aptitude à la déformation en expansion, est obtenu pour l'acier GE. Concernant l'acier GC, le coefficient d'écroissage évolue avec le taux de réduction. Il est d'autant plus important que le taux de réduction diminue. Plus la tôle sera écroie, moins elle sera apte à supporter les déformations en expansion.

II. 23. 22 - Résultats obtenus par une méthode simplifiée

Les coefficients d'anisotropie normale moyen, d'anisotropie plane moyen et d'écroissage apportent des informations importantes pour définir l'aptitude au formage des tôles d'acier minces galvanisées ou laquées. Ces paramètres présentent l'avantage de pouvoir être déterminés par l'essai de traction, déjà utilisé pour le contrôle en continu du produit final.

Toutefois, les méthodes de détermination définies par les normes et que nous avons utilisées précédemment se révèlent délicates dans la pratique courante industrielle. Il nous a semblé important de trouver des méthodes de détermination de r et n qui soit simples et rapides, donc plus adaptées aux contraintes industrielles.

- Détermination de r par une méthode approchée après rupture par traction

La méthode normalisée nécessite d'arrêter l'essai de traction dans le domaine plastique à un certain allongement (nous avons choisi 15%) afin de mesurer la variation en trois points de la largeur de l'éprouvette. Dans le cadre du contrôle en continu, le contrôleur, après avoir serré l'éprouvette dans les mors de la machine de traction, lance l'essai et réalise d'autres contrôles en parallèle. En l'absence d'un extensomètre, la détermination de r par la méthode normalisée nécessiterait la présence permanente de l'opérateur au cours de l'essai de traction. Pour inclure ce nouveau paramètre dans le cadre du contrôle en continu, il est donc indispensable de pouvoir déterminer r même après la fin de l'essai de traction à partir de l'éprouvette rompue.

Sur l'éprouvette rompue après traction, on définit la partie strictionnée et la partie ayant subi des déformations homogènes. Pour chacune de ces parties, on détermine les repères X , X_1 et X_2 les plus proches de la rupture et présentés sur la *figure 87*. On mesure ensuite l'allongement a_1 et a_2 entre les deux repères situés de part et d'autre du repère X et initialement distants de 10 mm. On mesure enfin, au niveau de chaque repère la largeur de l'éprouvette. La mesure de l'allongement local et de la largeur pour la partie strictionnée et pour la partie déformée de façon homogène permet de définir deux valeurs de r : r_h (pour la partie homogène) et r_s (pour la partie strictionnée).

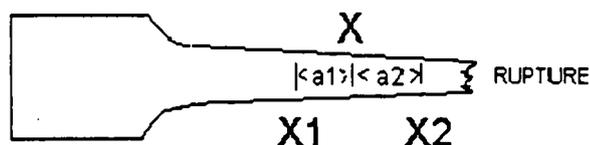


Figure 87 : Points de mesure sur une moitié de l'éprouvette après rupture par traction pour la détermination de r

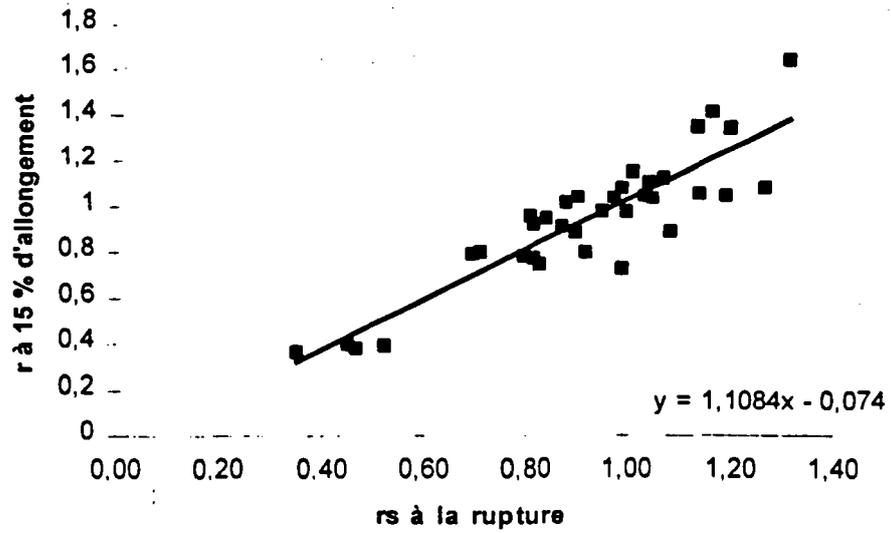


Figure 88 : Relation entre le coefficient r_s mesuré à la rupture et le coefficient d'anisotropie r

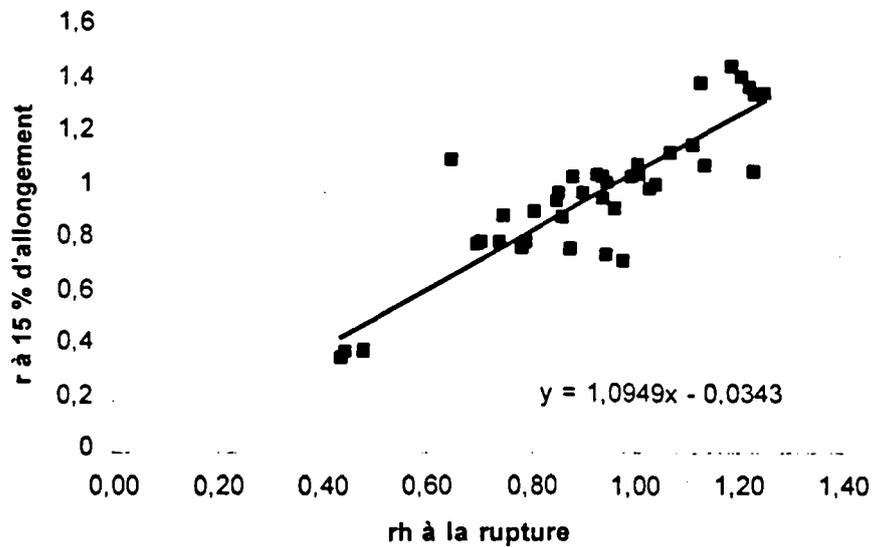


Figure 89 : Relation entre le coefficient r_h mesuré à la rupture et le coefficient d'anisotropie r

Les figures 88 et 89 présentent respectivement la corrélation entre les résultats de r obtenus suivant la méthode normalisée et les valeurs r_h et r_s , ainsi définies. Dans les deux cas, on voit qu'il existe une relation linéaire entre r_h et r et entre r_s et r . Les équations des deux courbes de tendance linéaire donnant r en fonction de r_i (r_i étant égal à r_h ou r_s) sont :

$$r = 1,1084 r_h - 0,0740$$

$$r = 1,0949 r_s - 0,0343$$

par approximation de la constant et du coefficient à la valeur moyenne des deux équations, nous obtenons l'équation unique suivante :

$$r = 1,1 r_i - 0,05$$

avec r coefficient d'anisotropie mesuré par la méthode normalisée

r_i coefficient d'anisotropie calculé à la rupture

Cette méthode nous permet donc, sans modifier le mode opératoire suivi pour les essais de traction en production, de déterminer le coefficient d'anisotropie dans la direction de prélèvement de l'éprouvette.

- Corrélation entre n et Re/R_{max}

Nous avons voulu vérifier la corrélation entre n et Re/R_{max} et évaluer ainsi l'intérêt de déterminer le coefficient d'écrouissage par le simple calcul du taux de consolidation Re/R_{max} , comme l'a suggéré HEYER, valeurs systématiquement connues après les contrôles en production. Le tableau 90 met en relation les valeurs du coefficient d'écrouissage, obtenus par les essais précédents, avec les valeurs du rapport Re/R_{max} .

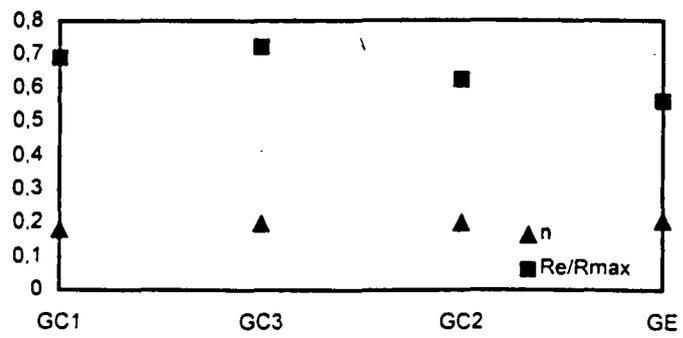


Figure 91 : Valeur du coefficient d'érouissage n et du rapport Re/R_{max} pour différents aciers

		0°	45°	90°	moyenne
GC1	n	0,184	0,180	0,173	0,179
GC1	Re/Rmax	0,678	0,681	0,709	0,689
GC1	n*(Re/Rmax)	0,125	0,122	0,123	
GC3	n	0,204	0,200	0,185	0,197
GC3	Re/Rmax	0,688	0,709	0,767	0,721
GC3	n*(Re/Rmax)	0,140	0,142	0,142	
GC2	n	0,205	0,196	0,196	0,198
GC2	Re/Rmax	0,610	0,622	0,638	0,623
GC2	n*(Re/Rmax)	0,125	0,122	0,125	
GE	n	0,212	0,202	0,207	0,206
GE	Re/Rmax	0,542	0,567	0,566	0,558
GE	n*(Re/Rmax)	0,115	0,115	0,117	

Tableau 90 : Corrélation entre le coefficient d'écroissage n et le rapport Re/Rmax

Le tableau 90 montre que le calcul du produit ($n * (Re/Rmax)$) donne, pour chaque matériau, un résultat quasi constant quelle que soit la direction de prélèvement qui traduit la correspondance existant entre le coefficient d'écroissage n et le rapport de la limite d'élasticité Re sur la résistance à la traction Rmax.

La figure 91 montre que Re/Rmax évolue inversement au coefficient d'écroissage n. Un rapport Re/Rmax plus petit traduit donc une aptitude plus importante du métal à se déformer Industriellement, pour une même nuance d'acier le rapport Re/Rmax peut donc permettre d'appréhender les variations du coefficient d'écroissage n.

II. 24 - Conclusion

L'essai de traction peut donc permettre d'appréhender l'aptitude à la mise en forme par l'introduction du coefficient d'anisotropie normale moyen r, du coefficient d'anisotropie plane moyen Dr et du coefficient d'écroissage normal moyen n.

Un matériau présentant de bonnes aptitudes pour la mise en forme se caractérise par un r élevé favorisant la déformation en rétreint, un Dr égal à zéro traduisant une déformation homogène et un n élevé favorisant la déformation en expansion.

Nous avons mis en évidence que les coefficients r et Dr pouvaient être approchés en utilisant une méthodologie plus simple et plus compatible avec le contrôle industriel en continu. De même n peut être remplacé par l'inverse du rapport Re/Rmax immédiatement obtenu par calcul à la fin de l'essai de traction.

CONCLUSION DE LA 1^{ère} PARTIE

Cette première partie nous a permis de faire le point sur l'environnement industriel et métallurgique dans lequel l'étude sur le comportement de l'acier de la filière électrique s'est effectuée. Nous avons ainsi décrit le procédé industriel qui permet la galvanisation et le laquage des tôles minces laminées à froid et recuites en continu. Nous avons vérifié la conformité des conditions de préparation des éprouvettes de traction pour l'obtention de résultats mécaniques représentatifs du matériau testé et nous avons également permis de compléter la description des propriétés des tôles minces galvanisées et laquées par une évaluation de l'aptitude au formage grâce au coefficient d'anisotropie déterminé à la rupture de l'éprouvette, au coefficient d'écroûissage et au rapport R_e/R_{max} .

BIBLIOGRAPHIE 1^{ère} PARTIE

(La bibliographie est donnée suivant l'ordre alphabétique)

[ANT98] - P. ANTOINE

Mise au point d'un essai de simulation des phénomènes physiques mis en jeu lors du profilage des tôles prélaquées
FFM, Rapport interne, juin 1998.

[ARO94] - J.M. AROTCARENA, Y.

GUEZENNEC

Changement d'acide de décapage : impact sur une ligne industrielle

Rapport interne FFM - juin 1994

[BER95] - J.M. BERNIER

Rapport interne FFM. 20-02-95

[BIA94] - H. BIAUSSER

Les caractéristiques de traction

Le livre de l'acier. Chap.9, p.222-247, Ed.

Lavoisier, 1994

[BLA] - G. BLANCHARD

rugosité des tôles minces

Rapport IRSID

[CER90] - M. CERVENKA

Influence du procédé de découpage des tôles minces sur le comportement en fatigue des aciers à dispersoïdes et dual-phase

Thèse . Poitiers, avril 1990

[CET75] -

Propriétés plastiques des métaux en feuilles , application à l'emboutissage
Les mémoires techniques du CETIM, n°23
septembre 1975

[CET97] -

Efforts et jeux en découpage et poinçonnage
CETIM, 1997

[CET95] -

La découpe par procédés haute énergie : laser, jet d'eau, plasma, électro-érosion
CETIM, 1995

[COL94] - A. COL, S. HEURTAULT, M.

MUNIER

L'emboutissage

Le livre de l'acier, Chap.34, p.786-812, Ed.

Lavoisier, 1994

[EN142] -

Tôles et bandes en acier doux galvanisées à chaud et en continu pour formage à froid

Norme EN 10 142, avril 1991

[EN169] -

Produits plats en acier revêtus en continu de matières organiques - partie I : définitions, matériaux, tolérances, méthodes d'essai

Norme EN 169-1, décembre 1996

[ESC95] - V. ESCALUP . C. BOUHELIER
Les tôles prérevêtues : Mise en oeuvre. Produits.
Fournisseurs
Publications CETIM 1995

[FEL93] - E. FELDER
La tribologie de l'emboutissage
Matériaux et Techniques n°1-2. p.49-72. 1993

[GRU] - M. GRUMBACH
L'essai de traction
Collection IRSID - OTUA

[HEY] - R.H. HEYER. D.E. McCABE. J.A.
ELIAS
Grain orientation of drawing quality steel sheets
Flat Rolled Products III. p.29-46

[JAO65] - B. JAOLU
Etude de la plasticité et application aux métaux
Ed. Dunod. Paris. 1965

[LAN50] - W.T. LANKFORD. S.C. SNYDER.
J.A. BAUSCHER
Trans. ASM. n°42. p.1197. 1950

[NF002] -
Essai de traction
Norme NF EN 10 002. octobre 1990

[NF025] -
Essai de dureté
Norme NF A 03-025. décembre 1989

[NF158] -
Essai de pliage simple des tôles et feuillards en
acier d'épaisseur égale ou supérieure à 0,5 mm et
inférieure à 3 mm
Norme NF A 03 158, juin 1978

[NF170] -
Essais conventionnels de dureté Rockwell
Norme NF A 03 170, juin 1967

[NF301] -
Tôles et bandes en acier de construction
galvanisées prélaquées ou revêtues d'un film
organique calandré destinées au bâtiment
Norme NF P 34 301. décembre 1994

[NF652] -
Essais d'emboutissage à flans bloqués
Norme NF A 03 652. décembre 84

[NF658] -
Méthode de détermination du coefficient
d'anisotropie plastique r des tôles en acier
Norme NF A 03-658. juin 1985

[NF659] -
Méthode de détermination du coefficient
d'écrouissage n des tôles en acier
Norme NF A 03-659. juin 1985

[PAR73] - P. PARNIERE
Recristallisation et texture des tôles minces d'acier
extra doux effervescent ou calmé à l'aluminium
Mémoires Scientifiques Revue de Métallurgie.
LXX, n°6, p.445-56. 1973

[POM] - G. POMEY

Aptitude à l'emboutissage des tôles minces

Collection IRSID - OTUA

[QUA98] - R. L. QUARSHIE

Effect of forming on the corrosion resistance of stretched polymer films on organic coated steel - phase 1

European Commission, Final Report Contract No 7210-MB/809, EUR 17997 EN, 1998.

[ROC85] - R. ROCHE, G. MURRY

Les essais mécaniques

Traitements thermiques, n°190, mars 1985

[SAN] - G. SANZ

Rupture des aciers

Collection IRSID - OTUA

[STE80] - M. STELLY

Influence de la vitesse de déformation sur le comportement en traction de 5 aciers

Mémoires Scientifiques Revue de Métallurgie. p.807-816. juillet-août 1980

[TER95] - P. TERACHER, G. MARRON, X.

BANO

Hot-rolled high strength drawable sheet steels

La Revue de Métallurgie CIT, p.923-931, juillet-août 1995

2° PARTIE :

Impact de l'acier filière électrique à chaque étape du process de MYRIAD

I - L'ACIER DOUX ELABORE PAR LA FILIERE ELECTRIQUE

- I. 1 - ELABORATION DE L'ACIER ET PERSPECTIVES POUR LA FILIERE ELECTRIQUE
- I. 2 - LES FERRAILLES COMME MATIERE PREMIERE
- I. 3 - IMPACT DE LA FILIERE D'ELABORATION DE L'ACIER SUR LA COMPOSITION CHIMIQUE

II - CONSEQUENCE DE L'EMPLOI DE L'ACIER FILIERE ELECTRIQUE A CHAQUE ETAPE DU PROCESS DE H-MYRIAD

- II. 1 - MODIFICATION DE LA CALAMINE ET INFLUENCE SUR LE DECAPAGE
- II. 2 - FRAGILITE DE L'ACIER APRES LAMINAGE A FROID
- II. 3 - DIFFICULTES DU RECUI DE RECRISTALLISATION
- II. 4 - APTITUDE A LA GALVANISATION
- II. 5 - VIEILLISSEMENT APRES LAQUAGE
- II. 6 - PROPRIETES MECANQUES FINALES DE L'ACIER FILIERE ELECTRIQUE

III - ETUDE STATISTIQUE DES CARACTERISTIQUES MECANQUES DE TOLES GALVANISEES ET LAQUEES. COMPARAISON ENTRE FILIERE FONTE ET FILIERE ELECTRIQUE

- III. 1 - CONDITIONS DE L'ETUDE STATISTIQUE
- III. 2 - ETUDE STATISTIQUE

CONCLUSION DE LA 2° PARTIE

I - L'ACIER DOUX ELABORE PAR LA FILIERE ÉLECTRIQUE

I. 1 - ELABORATION DE L'ACIER ET PERSPECTIVES POUR LA FILIÈRE ÉLECTRIQUE

La production de l'acier peut être réalisée suivant plusieurs schémas qui dépendent des matières premières utilisées mais qui impliquent toujours trois opérations fondamentales :

- élaboration : série d'opérations métallurgiques dont la dernière, au moins, s'effectue en phase liquide, destinée à obtenir la nuance d'acier désirée,
- coulée : passage de l'état liquide à l'état solide,
- mise en forme : obtenue par laminage, c'est à dire déformation plastique du métal à chaud entre des cylindres tournant en sens opposé,

I. 11 - La filière fonte : élaboration de l'acier à partir du minerai

La filière haut fourneau ou filière fonte suppose un traitement préalable du minerai par concassage, criblage, broyage, homogénéisation dont la réduction aboutit à un produit liquide.

La filière fonte comporte les trois étapes suivantes :

- Agglomération du minerai

L'opération se fait sur une bande continue. Le mélange de fines de minerai et de combustibles solides est « allumé » et subit un début de frittage ce qui permet d'obtenir un mâchefer de composition et de granulométrie régulières, solide, mais assez spongieux pour être ensuite facilement réductible.

- Production de la fonte liquide au haut fourneau

Le haut fourneau est chargé à sa partie supérieure avec les agglomérés et du coke qui fournira à la fois le combustible et l'agent réducteur nécessaire à l'opération. On insuffle par le bas du haut fourneau au moyen de tuyères de l'air préchauffé à 1100°C environ dans des réchauffeurs. Cet air brûle le coke, portant la température dans le haut fourneau à 2000°C, et libère le gaz réducteur CO qui assure la réduction du minerai. On recueille dans le creuset

un alliage liquide de fer saturé en carbone (4%), la fonte, qui se sépare par différence de densité d'un laitier liquide plus léger, résultat de la fusion de la gangue. Les gaz produits sont dépoussiérés et réutilisés totalement dans des centrales ou dans des fours.

- Conversion de la fonte liquide en acier liquide

Les procédés dits de conversion reposent sur le principe de l'insufflation d'oxygène dans un bain de fonte liquide. Cette insufflation permet de transformer la fonte en acier liquide en assurant simultanément une certaine élimination des éléments indésirables (essentiellement le carbone mais également le silicium, le phosphore et le soufre) et l'élévation de la température nécessaire pour passer de l'état de fonte liquide (1250°C) à celui de l'acier liquide (1600°C). Ce sont l'ensemble des réactions d'affinage : décarburation, désiliciation, déphosphoration et désulfuration. Le réglage de la température finale se fait en agissant sur l'addition de ferrailles complémentaires à refondre. A l'origine du procédé de conversion, au siècle dernier, Bessemer puis Thomas mirent au point l'affinage des fontes phosphoreuses en insufflant de l'air dans le convertisseur. La technique moderne a remplacé l'air par de l'oxygène pur.

I. 12 - La filière électrique : élaboration de l'acier à partir de ferrailles

La filière électrique consiste à utiliser les ferrailles comme matière première.

- Les différentes étapes de la filière électrique

Une aciérie électrique comporte différentes unités qui sont : un parc à ferrailles, un four de fusion, des poches de coulée, une installation de traitement en poche et une coulée continue. Le chargement du four est assuré par « paniers » contenant la charge de ferrailles à fondre. L'énergie thermique nécessaire est obtenue par éclatement d'arcs électriques entre trois électrodes de graphite et la charge à fondre. Parmi les additions réalisées au four électrique, on peut citer la chaux et les fondants servant à la constitution du laitier principal. Les ferro-alliages destinés à la désoxydation, à la désulfuration et à la mise au point de la composition de l'acier sont principalement ajoutés en poche pendant un brassage à l'argon. L'évacuation du laitier se fait par débordement par la porte arrière du four électrique [BAI95/1][AYE95]. La capacité nominale d'un four électrique peut varier entre 70 et 180

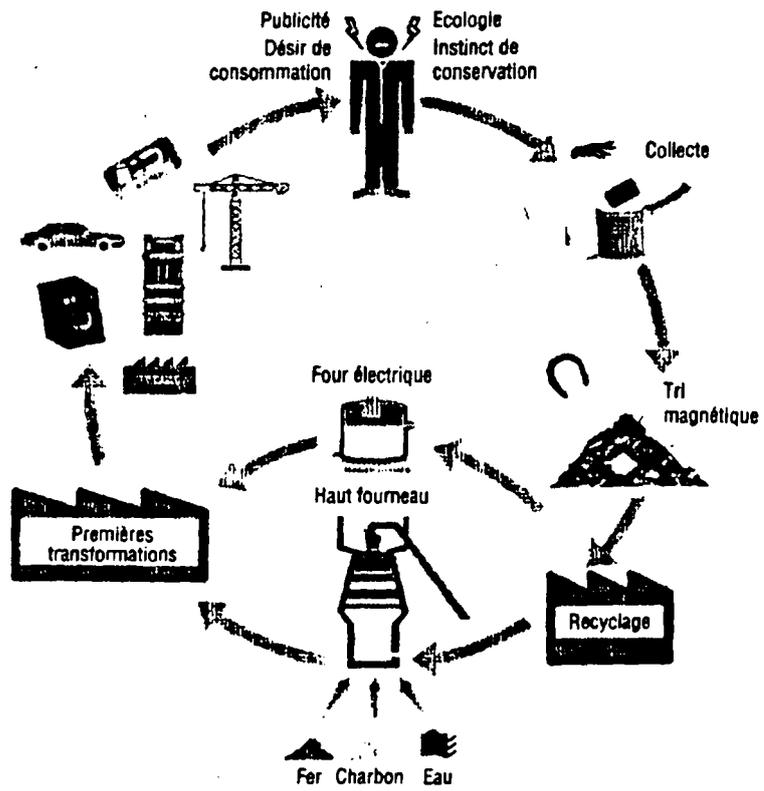


Figure 1 : Le cycle de l'acier [GRO94/1]

tonnes pour une puissance spécifique (rapport de la puissance nominale du transformateur sur la masse coulée) comprise entre 400 kVA/t pour les unités de plus faible puissance et 700 kVA/t pour les fours de très haute puissance. Il est important de citer l'emploi de plus en plus fréquent de minerais préréduits au four électrique à arc. Ils présentent un énorme avantage pour la qualité de l'acier puisque leur analyse chimique est bien connue. Ils contiennent des teneurs très basses en métaux non-ferreux (Cu, Ni, Mo...) et éléments non métalliques (P, S...). Toutefois, ils ont le désavantage de nécessiter un besoin énergétique plus important pour leur fusion par rapport aux ferrailles et un coût plus important.

I. 2 - LES FERRAILLES COMME MATIÈRE PREMIÈRE

« Les ferrailles ne sont pas un déchet mais une matière première à caractère particulier »

G. AMEDRO [AME96].

Cette citation illustre parfaitement le chapitre qui va suivre et qui va permettre de définir le contexte sociologique, technologique et économique qui fixe les évolutions et les enjeux de la sidérurgie mondiale.

I. 21 - Les défis de l'environnement

L'acier est un exemple de « matériau vert » puisque de tout temps le recyclage de l'acier a été une réalité, comme l'illustre le cycle de l'acier présenté *figure 1* [GRO94/1]. Les préoccupations liées à la protection de l'environnement et les progrès techniques de la filière électrique intensifient le phénomène. De plus, quelques exemples récents tendent à montrer qu'en raison de son caractère écologique, l'acier est choisi préférentiellement à d'autres matériaux.

Dans le secteur des bâtiments privés aux USA, le bois, matériau traditionnel, est remplacé de plus en plus par l'acier en raison des problèmes de déforestation. C'est ainsi que ce marché, qui n'existait pas en 1992, a atteint les 2 millions de tonnes en 1997 [WAG97]. Un autre exemple marquant est le choix de l'acier plutôt que les plastiques, pour la réalisation des coques des sièges de la « Smart » en raison de la grande complexité existant encore aujourd'hui pour le recyclage des polymères [LUS97].

Le secteur de l'automobile est d'ailleurs un secteur précurseur dans la démarche du recyclage allant de la conception et du choix des matériaux utilisés pour la fabrication de l'automobile. jusqu'à la valorisation en passant par la collecte. Ce secteur représente d'ailleurs 30% de l'offre des ferrailles en Europe [GRO94/2]. Aujourd'hui, 75% des déchets automobiles sont recyclés, correspondant principalement aux parties métalliques du véhicule. le reste finissant en décharge après dépollution et broyage. Une directive européenne prévoit pour 2002 que 15% uniquement du véhicule se retrouvera en décharge. Ce taux sera ramené à 5% dès 2015 [MAI98].

Le deuxième grand secteur sensible au recyclage et à la protection de l'environnement correspond au marché domestique de l'emballage et de l'électroménager. L'acier est dans ces applications toujours revêtu, soit d'un revêtement métallique, zinc, aluminium, étain. chrome. soit d'un revêtement organique, tôles laquées ou panneaux sandwich. Dans ce domaine. on prévoit globalement un taux de récupération total compris entre 65 et 70% [BIR95].

I. 22 - Description des ferrailles et conséquences pour la filière électrique

Comme nous venons de le voir, l'origine et la nature des ferrailles peuvent être extrêmement diverses. Toutefois, on peut distinguer quelques grandes familles de ferrailles en fonction de leurs origines :

- * les chutes internes aux usines sidérurgiques (en diminution),
- * les chutes neuves provenant de la transformation de l'acier (devraient diminuer en raison de l'amélioration des mises au mille),
- * les produits de la collecte des objets en fin de vie (automobiles, emballages...).

Cette ressource s'accroît avec la consommation et l'amélioration des circuits de récupération.

Pourtant. même dans chacune de ces familles, la diversité des composants de la ferraille reste importante en raison de la composition chimique propre de l'acier, de la présence ou de la nature d'un revêtement. J.A. VALLOMY [VAL85] a réalisé une synthèse des différents éléments entrant dans la composition chimique de différentes ferrailles et de leur comportement et influence lors de l'élaboration.

Effect of Some Tramp Elements on Cold Forming and Cold Drawing

Element	Effect
Phosphorous: (P)	P impairs cold forming by increasing yield and tensile strength in low carbon steel. Content maximum admitted in deep drawing is 0.03%. P deteriorates drawability if more than 0.03%.
Arsenic (As):	With more than 0.025% As, the effect is similar to P. Like C, P, and S, As segregates and its effect cumulates that of the other elements. When steel is to be processed via deep drawing, 0.025% As maximum is specified. Up to 0.05% increases yield and tensile strength and diminishes striction and elongation, thus deteriorating ductility.
Copper (Cu)	Copper affects cold forming and 0.10% Cu is borderline for deep drawing grades. Cold drawing is impaired with 0.10% Cu by lowering striction and elongation at room temperature.
Tin (Sn)	0.02% Sn has a very detrimental effect on deep drawing steel by increasing tensile strength and yield. Tin impairs elongation and striction, therefore affecting cold drawing from .02% Sn.
Nitrogen (N):	Nitrogen forms nitrides with a number of elements including Cr, Al, Ti, V, Co, Zr, and B. Nitrides in turn promote grain size refinement which impairs drawability and cold forming in general. Grain size refinement effect is cumulative if several nitride formers are present.
Sulphur (S):	Sulphur affects cold forming and drawability.
Antimony (Sb):	No data available.
Zinc (Zn):	No data available.
Lead (Pb):	No data available.
Chromium: (Cr)	Chromium impairs cold drawability and deep drawing by increasing yield and tensile strength.
Molybdenum: (Mo)	Cold drawability and deep drawing is affected by Molybdenum which increases yield and tensile strength.

Sources of Tramp Elements Not Usually Monitored in Steelmaking

- ANTIMONY:**
Bearing Metals, Lead Shrapnel, Storage Battery Plate, Roofing Gutters and Tank Lining, White Pigment, Antimony Black.
- ARSENIC:**
Arsenical Copper, Pig Iron.
- BISMUTH:**
Component of Fusible Alloy with Lead.
- BORON:**
Steel Scrap, Refractory.
- CADMIUM:**
Electroplating of Aluminum, Steel and Iron, Yellow Pigment, Cadmium Copper.
- LEAD:**
Steel Scrap, Railroad Locomotive Wheels, Batteries.
- ZINC:**
Galvanizing, Metal for Diecasting, Dry Batteries, Zinc Rich Paint to Steel.

Effect of Vacuum Treatment on Some Tramp Elements in Steel

Mostly Not Affected	Progressively Affected	Mostly Eliminated
Sb	Bi	Cd
As	Co	Pb
B	Cr	Se
Co	Cu	Te
P	Mn	Zn
Sn		

Analysis of Commercial Scrap Grades

Scrap Grade	C	Mn	S	P	Cr	Ni	Sn	Cu	% Yield
No. 1 Heavy Melting	.20	.20	.056	0.28	.24	.13	.019	.16	92
No. 2 Heavy Melting	.15	.15	.045	.040	.05	.07	.036	.18	86
No. 1 Dealer Bundles	.10	.10	.049	.021	.03	.06	.048	.18	86
No. 2 Bundles	.06	.05	.090	.090	.17	.15	.075	.48	80
Shredded (conventional)	.06	.15	.040	.050	.13	.09	.017	.25	85
Average US									
Junk Car (1)	.40	.34	.050	.050	.25	.20	.010	.30	90
Shredded (cleaned)	.10	.20	.030	.020	.10	.09	.015	.20	92
No. 1 Factory Bundles	.06	.25	.010	.010	.01	.02	.007	.02	94

(Only Elements Normally Monitored Are Given)

(1) Automobile Less Battery, Radiator, Starter, Generator, Heater, Engine, and Transmission

Figure 2 : Effet de certains éléments résiduels sur la formabilité à froid de l'acier.
Origine de certains éléments résiduels et aptitude à être éliminées par traitement sous vide.

Composition chimique de certaines ferrailles commerciales [VAL85]

Les tableaux de la *figure 2* reprennent les points essentiels de cette analyse : composition chimique des ferrailles, origine des éléments résiduels, effets sur la formabilité à froid. En effet, les sources bibliographiques sont nombreuses montrant l'effet néfaste des éléments résiduels introduits dans l'acier par les ferrailles [MAR96][BAI95/2][BIR94/1][STR83]. Les différents problèmes métallurgiques associés aux éléments résiduels sont :

- * les fissurations à chaud, défauts de surfaces des aciers créés par un enrichissement local en cuivre,
- * la ségrégation interfaciale des éléments étain, antimoine, arsenic, affectant la résistance au choc, la ductilité, la fatigue, le fluage, la corrosion...,
- * la soudabilité,
- * le durcissement de l'acier lié à la présence de chrome, cuivre, étain et molybdène,
- * l'usinabilité,
- * la difficulté de décapage des bandes.

F. WAGNER [WAG97] signale que l'élaboration par haut fourneau est la seule voie permettant de garantir le niveau de pureté et la régularité des propriétés mécaniques de l'acier. Pourtant, l'aciérie électrique se révèle idéale pour réaliser de petites unités flexibles. En effet, si la filière fonte est économiquement la plus rentable lorsqu'elle tourne à pleine capacité dans les zones côtières, les coûts augmentent très rapidement lorsque l'implantation s'éloigne de la mer ou qu'il y a réduction de la production. Ces considérations font que de 31% de la production totale d'acier en 1993, on estime que la production par la filière électrique passera à 50% pour l'an 2000.

La qualité et la maîtrise des ferrailles se révèlent donc indispensables pour la qualité des aciers élaborés par la filière électrique et S.SATO définit à juste titre que le défi des années à venir est de « fabriquer des aciers haut de gamme à partir d'une source de fer à 100% de ferrailles dans des conditions parfaitement respectueuses de l'environnement » [SAT96].

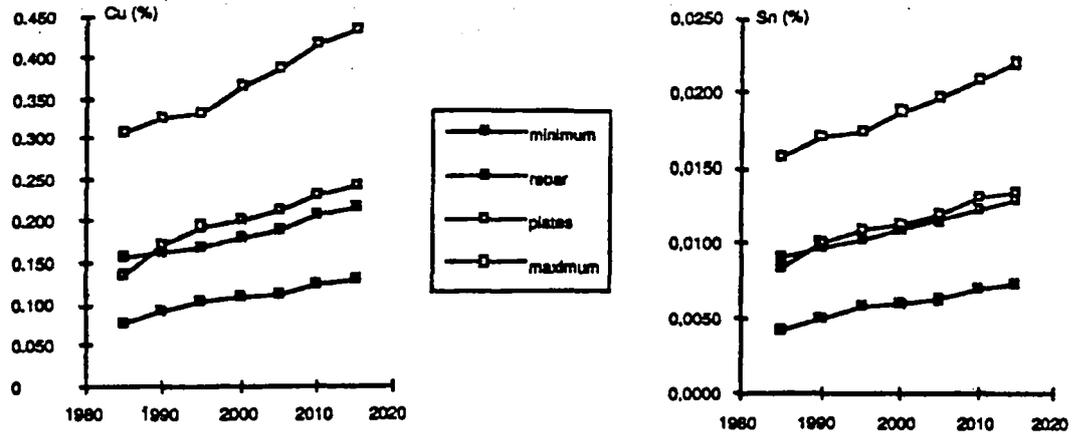


Figure 3 : Evolution à long terme de la teneur en cuivre et étain des aciers élaborés par la filière électrique en raison de l'accumulation de ces impuretés dans les ferrailles [SAT96]

Category	Specification	Aimed analytical contents (residuals) in %				
		Cu	Sn	Cr, Ni, Mo	S	P
Old scrap	E3	≤ 0.250	≤ 0.010	Σ ≤ 0.250		
	E1	≤ 0.400	≤ 0.020	Σ ≤ 0.300		
New scrap (Low residuals, uncoated)	E2	Σ ≤ 0.300				
	E8	Σ ≤ 0.300				
	E6	Σ ≤ 0.300				
Shredded	E40	≤ 0.250	≤ 0.020			
Steel turnings	E5H	Prior chemical analysis could be required				
	E5M	Cu ≤ 0.400	≤ 0.030	Σ ≤ 1 %	≤ 0.100	
High residual scrap	EHRB	Cu ≤ 0.450	≤ 0.030	Σ ≤ 0.350		
	EHRM	Cu ≤ 0.400	≤ 0.030	Σ ≤ 1.0		
Fragmentized scrap from incineration	E46	≤ Cu 0.500	≤ 0.070			

Tableau 4 : Teneurs limites en éléments résiduels dans les ferrailles en fonction de leur catégorie suivant le référentiel ferrailles [BAI95]

I. 23 - Référentiel ferrailles et chasse aux impuretés

Si l'acier est l'un des matériaux les mieux recyclés avec près de 70% de taux de récupération en fin de vie, cela se répercute pourtant par une "pollution" en éléments résiduels de plus en plus importante. Par exemple, il est connu que, une voiture contenant en moyenne 1% de cuivre, seuls 60% en seront éliminés lors du triage magnétique. Dans ces conditions, on estime que la teneur en cuivre dans les ferrailles devrait croître de 50% au cours des 20 prochaines années [LUS96]. D'autres études concluent également à une augmentation à venir des éléments résiduels dans les ferrailles, comme le montre la *figure 3* qui présente l'évolution estimée de la teneur en cuivre et étain dans les ferrailles de 1980 à 2020 [SAT96] [STA95]. Devant ces perspectives de nombreux projets d'études internationaux ont vu le jour. Le premier est européen et a permis la mise en place au 1^{er} janvier 1996 d'un référentiel européen des ferrailles.

- Le référentiel européen des ferrailles :

L'enjeu de cette nouvelle classification des ferrailles est l'amélioration de leur qualité [LEM95][HUI95][BAI95/2][GAU95][GRO94/1]. Elle est définie par :

- * les dimensions,
- * la teneur en fer,
- * les teneurs limites en éléments métalliques non ferreux impossibles ou difficiles à éliminer dans l'acier liquide :
 - le cuivre tout d'abord, provenant d'un mauvais tri des ferrailles ou dissous dans l'acier suite à l'élaboration initiale du métal ; les autres éléments résiduels : étain, plomb, nickel, chrome et molybdène ; les éléments gênants : soufre et phosphore,
- * la présence de stériles (nuisant au rendement des fours), de polluants (le plus souvent organiques) ou matériaux interdits,
- * la densité apparente.

La composition en éléments résiduels pour chaque catégorie de ferrailles est reprise dans le *tableau 4* issu de ce référentiel.

Si cette classification des ferrailles permet une meilleure gestion des parcs à ferrailles et par là même, une plus grande maîtrise de la qualité des enfournements, la mise au point de techniques visant à éliminer dans l'avenir ces éléments nuisibles à l'obtention d'aciers de haute qualité est indispensable. Il existe différents axes de recherche comme le montrent plusieurs travaux récents [SAT96] [ROB97] [MAR96].

- L'amélioration des techniques de tri

Le tri magnétique est le procédé industriel le plus courant. Toutefois, comme nous l'avons vu précédemment, il n'est pas efficace à 100%. De nouvelles techniques sont en cours d'étude dont les séparations gravimétriques, électrostatiques, les broyages cryogéniques et le tri par courant de Foucault ou basé sur l'analyse d'images.

- La préparation des ferrailles

Elle implique le recours à des techniques de conditionnement physique et à des traitements thermiques et chimiques. On peut citer par exemple des techniques d'oxydation ou de sulfuration des revêtements.

- La purification des bains fondus

Différentes techniques sont développées afin de traiter le métal liquide et d'en éliminer les éléments résiduels et plus particulièrement le cuivre et l'étain. Le zinc ne semble pas poser de problème trop important car il a tendance à s'évaporer lors de la fusion de ferrailles et est récupéré dans les fumées. Pourtant, l'augmentation des produits galvanisés et zingués obligera dans l'avenir à réaliser un prétraitement qui pourra être thermique ou chimique. Les deux voies sont actuellement à l'étude. Les tôles prélaquées ou sandwich sont également facilement traitées dans le four électrique par la combustion des produits organiques qui représentent moins de 1% de la masse de l'acier support. Seuls les produits chlorés posent un réel problème. On trouve également des techniques d'évaporation sous vide, avec brassage par mélange gazeux O_2 et Cl_2 ou NH_3 pour le cuivre et l'étain [MAT96][OGA97][HID96][STR83].

I. 3 - IMPACT DE LA FILIERE D'ELABORATION DE L'ACIER SUR LA COMPOSITION CHIMIQUE

La nécessité du recyclage, les conditions d'économie et de flexibilité font que plus de 30% de la production de l'acier mondial est réalisé par la filière électrique. MYRIAD n'échappe pas à ce développement et a vu au cours de ces 4 dernières années le passage d'une partie de sa consommation en acier de la filière fonte vers la filière électrique. Nous allons présenter dans le chapitre II l'acier filière électrique et son comportement observé à chaque étape du procédé industriel : décapage, laminage à froid puis recuit, galvanisation et laquage en continu. Puis nous verrons au cours du chapitre III les résultats d'une analyse statistique sur les propriétés mécaniques mesurées par essais de traction de l'acier filière électrique comparées à celles de l'acier filière fonte.

Nous allons plus particulièrement suivre l'acier dénommé FeP02G suivant la norme EN 10142 [EN142] qui définit ses propriétés mécaniques après galvanisation et laquage. Les consignes données dans la norme sont reprises dans le *tableau 5* suivant. Il est intéressant de remarquer que la norme ne fixe aucune limite sur la limite d'élasticité du matériau.

	Re (MPa)	Rmax (MPa)	A%
FeP02G	-	500 max	22 min

Tableau 5 : Limites suivant la norme EN 10142

Les compositions chimiques moyennes observées à MYRIAD pour cette nuance d'acier sur 12 mois de production, en fonction de la filière d'élaboration, sont données dans le *tableau 6* :

(%)	C	Mn	Al	N	Cu	Ni	Cr
Filière fonte	0,046	0,252	0,042	0,005	0,044	0,031	0,035
Filière électrique	0,049	0,314	0,045	0,008	0,114	0,061	0,044

Tableau 6 : Fourchette de composition de l'acier FeP02 suivant la filière d'élaboration (en %)

Les deux filières se caractérisent donc par la composition chimique de l'acier. Nous n'avons repris dans ce tableau que les éléments chimiques dont la composition est différente d'une filière à l'autre. On observe ainsi que si l'écart sur le carbone, l'aluminium ou le chrome est

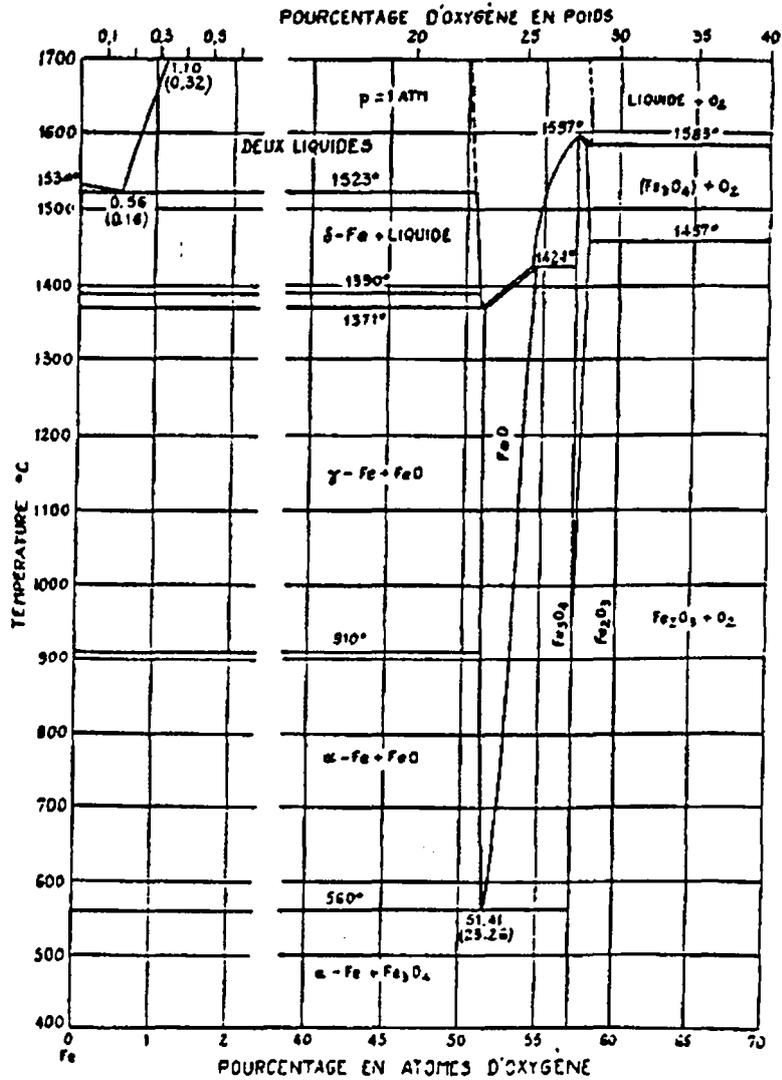


Figure 7 : Diagramme d'équilibre fer - oxygène d'après Hansen et Anderko [QUA85]

très faible en moyenne, elle est beaucoup plus importante pour le manganèse, l'azote, le cuivre et le nickel. Parmi ces éléments, les éléments résiduels qui vont donc plus particulièrement nous intéresser dans cette étude sont donc le cuivre, le nickel et le chrome dont la teneur est globalement double pour la filière électrique par rapport à la filière fonte.

II - CONSEQUENCE DE L'EMPLOI DE L'ACIER FILIERE ELECTRIQUE A CHAQUE ETAPE DU PROCESS DE MYRIAD

Nous allons maintenant présenter différentes études réalisées à chaque grande étape du procédé industriel de MYRIAD et pour lesquels nous avons voulu vérifier l'impact de l'utilisation d'acier élaboré par la filière électrique.

II. 1 - MODIFICATION DE LA CALAMINE ET INFLUENCE SUR LE DECAPAGE

Différentes études ont montré que la présence des résiduels (cuivre, étain et nickel) a une influence sur la composition et l'adhérence de la calamine. Il y a donc lieu de devancer d'éventuels problèmes pouvant se poser lors du décapage sulfurique de l'acier filière électrique.

Après avoir décrit le principe de l'oxydation à chaud du fer, nous verrons l'influence des éléments d'addition entrant dans la composition de l'acier et des éléments résiduels introduits par les ferrailles. Nous allons aussi comparer différents résultats issus de la bibliographie avec nos propres observations réalisées sur l'acier filière électrique.

II. 11 - L'oxydation à chaud : revue bibliographique

II. 11. 1 - L'oxydation à chaud du fer

Comme l'oxydation à chaud a été abondamment décrite dans la littérature [BEN64][PHI93][QUA85], nous n'en présentons ici qu'une brève synthèse.

L'oxydation à chaud du fer donne naissance en surface à une pellicule constituée de trois couches continues et compactes de FeO, Fe₃O₄ et Fe₂O₃, définies classiquement dans le diagramme d'équilibre fer-oxygène (*figure 7*).

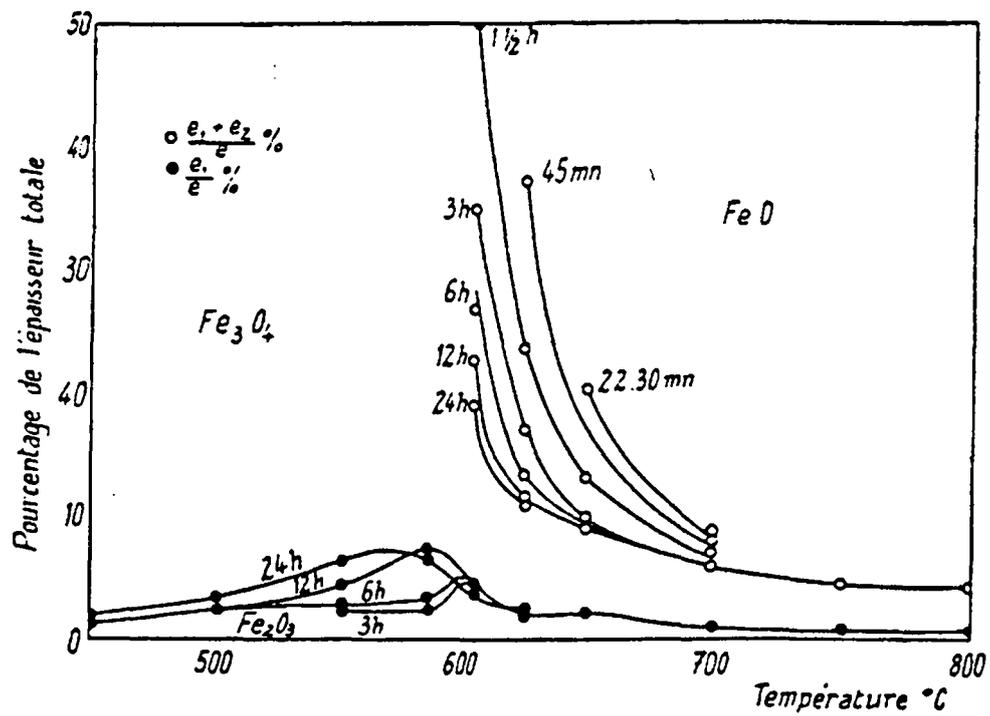


Figure 8 : Epaisseurs relatives des 3 couches d'oxyde en fonction du temps et de la température [BEN64]

- *Le protoxyde de fer ou wüstite FeO :*

Ce composé est instable pour des températures inférieures à 570°C.

Il se décompose suivant la relation :



Toutefois, pour des cinétiques de refroidissement rapide, on peut conserver du protoxyde de fer à température ambiante. A noter que la structure du protoxyde comporte des lacunes de fer dont le nombre augmente avec la teneur en oxygène.

- *La magnétite Fe₃O₄ :*

La structure de la magnétite est de type spinelle et comporte, comme la wüstite FeO, des lacunes de fer mais en concentration beaucoup plus faible.

- *L'hématite Fe₂O₃ :*

Elle existe en fait sous deux formes :

- la forme stable, Fe₂O₃-α, qui se forme à haute température,
- la forme métastable et ferromagnétique, Fe₂O₃-γ, qui est obtenue par oxydation de la magnétite dans l'intervalle 200-400°C ou du fer à température ambiante.

Chacune de ces couches suit une loi de croissance qui, de 700 à 1250°C (correspondant à l'intervalle de température lors du laminage à chaud de l'acier), a une forme parabolique d'équation [BEN64][PAI57] :

$$e = k \sqrt{t}$$

avec e : épaisseur de la couche

k : constante d'oxydation

t : temps

Le fait que les épaisseurs des trois couches croissent en fonction du temps indique que le processus d'oxydation est régi par la diffusion des divers ions. Le régime permanent d'oxydation superficielle s'établit très rapidement à des températures supérieures à 700°C, mais après une ou deux heures à 700°C. La période perturbée qui précède le régime permanent présente des déviations par rapport à la loi parabolique.

Les épaisseurs relatives des trois couches par rapport à l'épaisseur totale de la pellicule sont données par la *figure 8*.

Pour les températures inférieures à 700°C (la température de bobinage après laminage à chaud est généralement comprise entre 600 et 700°C), l'épaisseur de la couche d'oxyde est beaucoup plus faible. La cinétique suit également une loi parabolique pour les temps longs mais la loi est plutôt linéaire et fortement perturbée pour les temps courts.

II. 11. 2 - Comportement des éléments d'addition

Dans le cas des alliages, BENARD et PAIDASSI [BEN64] montrent que, lors de l'oxydation, l'oxygène diffusant dans le matériau permet l'oxydation interne des éléments tels le silicium, l'aluminium, le manganèse, plus oxydables que le fer. L'acier présente alors à l'interface métal/oxyde une zone altérée par divers mécanismes (décarburation, oxydation interne, pénétration aux joints de grain) [GAL83]. Outre ce phénomène d'oxydation interne, les éléments d'addition agissent sur la cinétique de croissance de la pellicule d'oxyde. En effet, dans un alliage AB où l'élément B est soluble dans l'oxyde de l'élément A, B va se comporter comme un dopant de l'oxyde. Suivant sa valence, il accroît ou réduit la concentration de défauts ponctuels et par suite le coefficient de diffusion de A. La cinétique d'oxydation est ainsi ralentie ou accélérée [PHI93].

B. REGAD [REG94] a réalisé des mesures de cinétique qui montrent un important ralentissement de la vitesse d'oxydation de l'acier par rapport au fer, imputable à la présence des éléments d'alliage. Il a également pu observer le comportement migratoire de ces éléments lors de l'oxydation : certains, comme le silicium, l'aluminium, le titane ou le chrome, sont présents principalement à l'interface métal/oxyde, d'autres comme le manganèse enrichissent graduellement la couche d'oxyde.

II. 11. 3 - Influence des éléments résiduels

De nombreuses études montrent que la présence d'éléments résiduels, apportés dans le matériau par les ferrailles, occasionne des défauts lors du travail à chaud de l'acier.

- La fragilité superficielle à chaud :

La fragilité superficielle à chaud est le principal problème rencontré par les lamineurs lorsque la présence de cuivre est trop importante [CON90]. Le phénomène donnant naissance à la microfissuration superficielle est bien décrit par E.T. STEPHENSON [STE83]. Le cuivre, moins oxydable que le fer, est rejeté de la couche d'oxyde et se

retrouve, suivant un gradient de concentration, à l'interface métal/oxyde. Des combinaisons critiques entre la teneur en cuivre, l'atmosphère, les températures de réchauffage des brames et de laminage, permettent au cuivre d'atteindre sa teneur à saturation dans le fer, et du cuivre en phase liquide se forme alors aux joints de grains de la phase γ . Le cuivre crée alors une fissuration en surface lors du refroidissement. R. D'HAeyer et al [DHA94] donnent une teneur maximale en cuivre généralement acceptée de 0,15 à 0,20% en deçà de laquelle aucun défaut n'est observé.

Toutefois, cette valeur limite en cuivre est modulée par la présence d'autres éléments. En effet, une étude récente [OHT97] met en évidence expérimentalement que des additions de nickel, cobalt et aluminium augmentent la solubilité du cuivre dans le fer, alors que le vanadium, chrome, manganèse, silicium et étain ont un effet contraire. Ces résultats sont décrits dans le diagramme de la *figure 9* donnant la solubilité du cuivre dans le fer en phase solide en fonction de la teneur en ces différents éléments d'addition. C. KREMER et al [KRE90], parmi d'autres, confirment que les défauts sont proportionnels à la teneur en cuivre équivalent, définie en sachant que l'étain, l'antimoine et l'arsenic exaltent l'effet du cuivre alors que le nickel l'atténue. Un rapport Ni/Cu égal à 1 permet d'éviter l'effet néfaste du cuivre [IMA97]. De même, la présence de 0,4% de silicium et de 0,02% de phosphore crée une microstructure complexe de wüstite et fayalite à l'interface métal - oxyde qui réduit la concentration du cuivre en phase liquide et ainsi les possibilités de fissurations superficielles à chaud pour un acier contenant 0,5% de cuivre [SEO97].

La composition chimique de l'acier n'est pas le seul paramètre sur lequel on puisse jouer afin d'éviter la fragilité superficielle à chaud. Les conditions d'oxydation lors du travail à chaud sont également importantes comme le montre une étude de M. WOLF [WOL86] dont la *figure 10* est extraite. Lorsque les conditions d'oxydation sont réunies, le cuivre se trouve soit sous forme de précipités emprisonnés dans la couche d'oxyde, soit en solution solide au sein de la couche limitant l'effet de saturation à l'interface. Le phénomène est régi par le diagramme d'équilibre (Fe-Cu-Ni) et les vitesses de diffusion des atomes [WOL86][IMA97].

- L'adhérence de la calamine :

J. PAIDASSI montre que de la pureté du fer dépend l'adhérence de la couche d'oxyde [PAI57]. L'enrichissement de l'interface métal/oxyde en éléments résiduels est reconnu pour contribuer au problème de l'adhérence de la calamine. Lors de l'oxydation se forme un enchevêtrement de phases oxydes et métalliques constituant une jonction mécaniquement robuste qui va augmenter l'adhérence de la calamine. Des enrichissements en nickel ont été observés pour des teneurs aussi faibles que 0,04% et jusque 0,4%. Cette augmentation de l'adhérence de la calamine peut être critique dans la phase de décalaminage industriel consistant à fissurer mécaniquement et décoller partiellement la couche d'oxyde.

Le cuivre et l'étain jouent également un rôle important dans ce phénomène et il a été montré que le cuivre dans l'acier réduit la vitesse de décapage de la calamine dans les solutions acides [STE83][DHA94][GRA95].

II. 12 - Analyses de la calamine de l'acier filière électrique

II. 12. 1 - Présentation de l'étude

L'étude suivante a pour objectif de caractériser les différences dans les couches d'oxyde que présentent les aciers filière électrique comparés aux aciers filière fonte.

Le suivi a porté sur une centaine d'échantillons prélevés au hasard sur des bobines d'acier laminées à chaud et issues des filières fonte ou électrique, avant leur passage sur la ligne de décapage.

Les mesures d'épaisseur de la couche ont été réalisées par observations en microscopie optique d'échantillons en coupe. Des analyses par diffraction X nous ont permis de déterminer les phases d'oxyde entrant dans la composition de la couche de calamine. Des observations plus précises de la morphologie de la calamine ont été réalisées par microscopie électronique à balayage (M.E.B.) et des analyses des couches d'oxydes ont été menées par E.D.S. (Energy Dispersion Spectroscopy). La technique E.D.S. offre un seuil de détection de l'ordre du pourcent.

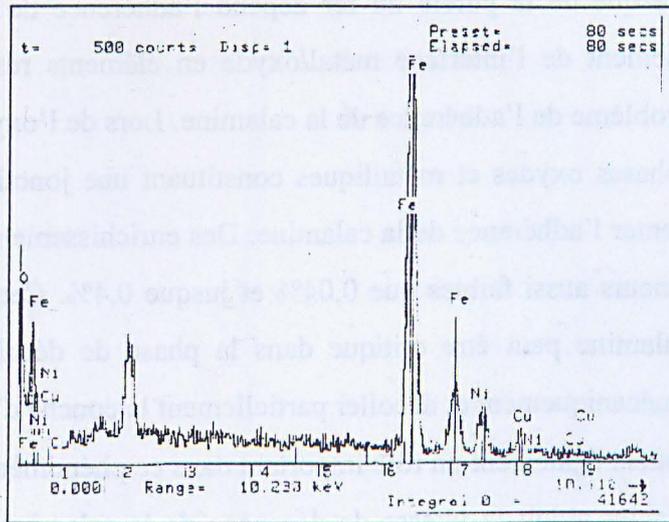


Figure 13 : spectre E.D.S. d'un précipité intermétallique
(précipité A de la figure 12)

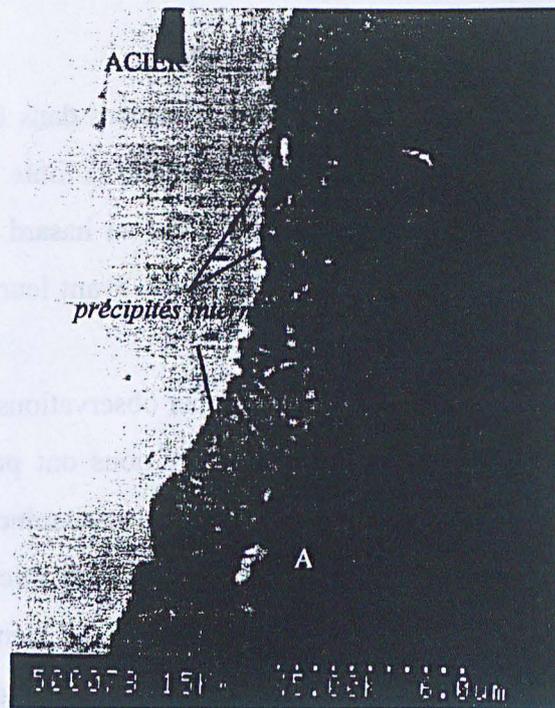


Figure 12 : Précipités intermétalliques dans la calamine d'un acier filière électrique

II. 12. 2 - Résultats

- Epaisseur de la couche d'oxydation à chaud :

Pour chacun des échantillons d'acier laminé à chaud examinés, nous avons réalisé 9 mesures d'épaisseur de la couche d'oxyde en trois endroits différents. Pour les deux filières d'élaboration, les épaisseurs moyennes de calamine sont alors :

* épaisseur moyenne de 7,71 μm pour l'acier filière électrique,

* épaisseur moyenne de 7,51 μm pour l'acier filière fonte.

Nous n'observons donc pas de différence significative d'épaisseur de la couche d'oxyde entre les deux modes d'élaboration de l'acier.

- Morphologie de la calamine :

Le schéma de la *figure 11* présente les différentes zones dans la calamine observable en coupe par microscopie optique. L'interface est la couche oxydée d'environ 1 μm d'épaisseur proche du substrat acier. La peau désigne la partie superficielle de la calamine d'une épaisseur de 1 μm environ. Les précipités sont des composés intermétalliques disséminés dans la couche d'oxyde.

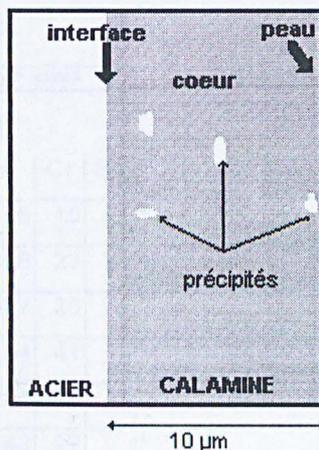


Figure 11 : Schéma des différentes zones apparaissant dans la couche d'oxyde

La *figure 12* montre la morphologie typique de la couche de calamine de l'acier filière électrique observée au M.E.B (échantillon repéré 13 dans le *tableau 17*). Le spectre (*figure 13*), obtenu par analyse E.D.S. d'un précipité intermétallique visible sur la micrographie de la *figure 12*, présente les raies du nickel et du cuivre entrant dans sa composition.

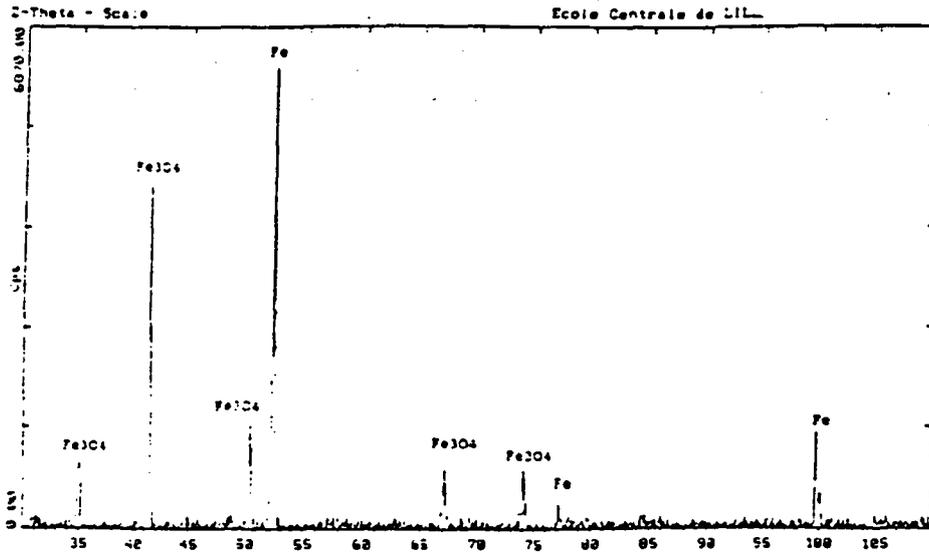


Figure 14: Spectre de diffraction X d'une calamine de type I

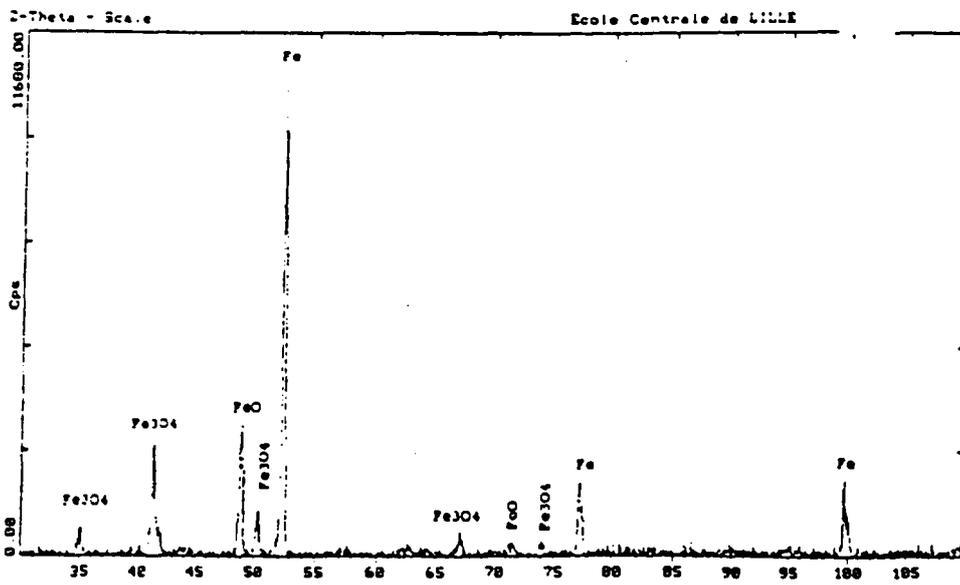


Figure 15: Spectre de diffraction X d'une calamine de type II

- Composition chimique de la calamine :

Les analyses par diffraction X montrent que la calamine présente essentiellement deux types de composition en oxyde de fer et ce, quel que soit le mode d'élaboration de l'acier.

* La calamine de type I (*figure 14*) est composée essentiellement de magnétite et parfois d'hématite.

* La calamine de type II (*figure 15*) est composée des oxydes de fer FeO, Fe₃O₄ et parfois Fe₂O₃.

La connaissance des températures de fin de laminage à chaud et de début de bobinage nous permet de montrer que la calamine de type I se retrouve pour les bobines dont le refroidissement est le plus lent, permettant ainsi à la wüstite de se décomposer en magnétite. La *figure 16* montre la décomposition de la wüstite en magnétite. Dans le cas d'un refroidissement rapide, cette décomposition n'a pas le temps de se produire, ce qui conduit à une calamine de type II.

Le *tableau 17* donne les résultats d'analyses qualitatives typiques réalisées par E.D.S. dans les différentes zones de la calamine sur 15 aciers de la filière électrique ou de la filière fonte : interface, coeur, peau et précipités.

	COMPOSITION DE L'ACIER (millièmes de %)									ANALYSES E.D.S. DANS LA CALAMINE			
	C	Mn	Si	S	Al	Cu	Ni	Cr	Sn	interface	coeur	peau	précipités
1	35	189	23	10	51	4	15	15		*	*	*	*
2	37	288	7	12	45	47	36	23		*	*	*	*
3	42	253	7	18	45	47	37	25		*	*	*	*
4	48	248	9	16	34	108	54	41		Mn, Cu, Si	*	*	*
5	49	272	6	13	47	38	44	37		*	*	*	*
6	50	260	7	19	57	39	43	27		*	*	*	*
7	50	280	14	12	54	20	20	10		*	*	*	*
8	52	227	7	8	34	38	41	46		-	-	-	Cr, Mn, Si, S, Al
9	53	254	25	7	26	207	82	48	12	-	-	-	Cu, Ni, Sn
10	53	342	6	12	25	81	32	25		*	*	*	*
11	54	206	10	10	40	58	25	56		*	*	*	*
12	54	317	16	21	33	139	70	37		*	*	*	*
13	63	230	7	9	37	232	193	82	15	*	*	*	Cu, Ni
14	164	1397	17	9	29	11	24	29		Mn	Mn	Mn	*
15	203	916	15	18	62	155	87	77		Mn, Cr, S, Si, Al	Mn	Mn, Si	Ni, Cu

Tableau 17 : Exemples d'analyses de la calamine sur des aciers filière électrique et filière fonte

(* pas d'autres éléments hors Fe et O : - pas d'analyse effectuée)

- Composition chimique de la calamine

Les analyses par diffraction X montrent que la calamine présente essentiellement deux types de

composition en oxyde de fer et ce, quel que soit le mode d'élaboration de l'acier.

La calamine de type I (figure 15) est composée essentiellement de magnétite et parfois

d'hématite.

La calamine de type II (figure 16) est composée des oxydes de fer FeO , Fe_2O_3 et parfois

Fe_3O_4 .

La composition des échantillons de fin de laminaire à chaud et de début de bobinage nous

permet de constater que la calamine de type II est plus riche en oxyde de fer que la calamine de type I.

réchauffement de la calamine de type II est plus important que celui de la calamine de type I.

Figure 16 montre la décomposition de la wüstite en magnétite et hématite dans la calamine de type II.

On observe la présence de la wüstite (FeO) et de la magnétite (Fe_3O_4) dans la calamine de type II.

La calamine de type II est plus riche en oxyde de fer que la calamine de type I.

La composition des échantillons de fin de laminaire à chaud et de début de bobinage nous

permet de constater que la calamine de type II est plus riche en oxyde de fer que la calamine de type I.

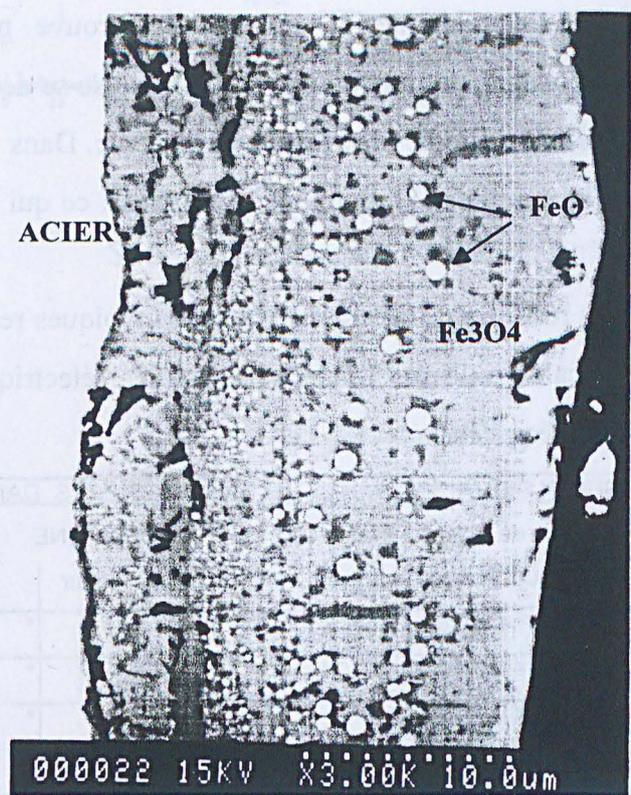


Figure 16 : Décomposition de la wüstite en magnétite dans la calamine

Pour certains échantillons (4, 8, 14 et 15), on observe la présence de manganèse dans toute la couche d'oxyde, mais plus particulièrement à l'interface. On peut remarquer que la présence de manganèse dans la calamine n'est pas uniquement liée à la teneur en manganèse dans l'acier. En effet, nous retrouvons la présence de manganèse dans toute l'épaisseur de la couche de calamine pour les échantillons 14 et 15 pour lesquels la teneur en manganèse dans l'acier est très importante. Mais nous observons également que, pour les échantillons 4 et 8 dont la teneur en manganèse dans l'acier est beaucoup plus faible, du manganèse est détecté localement dans la calamine.

Le silicium apparaît également au niveau de l'interface, voire parfois en peau pour les échantillons 4, 8 et 15 dont l'acier ne présente pourtant pas l'analyse chimique la plus chargée en silicium.

Les éléments résiduels, chrome et cuivre, sont eux aussi détectés au niveau de l'interface et au sein de précipités. Quant au nickel, il est uniquement observé sous forme de précipités dans la couche de calamine. Ces précipités, comme le montre le *tableau 17*, sont de compositions très variables, mettant en évidence le caractère discontinu de l'enrichissement de la zone interfaciale en éléments d'addition (Mn, Al, Si) et éléments résiduels (Cr, Ni, Cu). La composition chimique moyenne de l'acier filière électrique, par rapport à l'acier filière fonte, est plus riche en manganèse, cuivre, nickel et chrome, comme le montrent les compositions des aciers dans le *tableau 6* (§1.3 - 2^{ème} partie). Ces éléments ont donc une probabilité de présence plus élevée dans la calamine d'un acier filière électrique comparée à la calamine d'un acier filière fonte.

II. 13 - Influence sur le décapage de l'acier filière électrique

Nous considérons semblables pour les deux filières, les conditions d'oxydation à chaud de l'acier car elles sont liées au procédé de laminage à chaud qui est identique quelle que soit la filière d'élaboration de l'acier. Quel que soit le mode d'élaboration de l'acier, l'épaisseur moyenne de la calamine est identique. Ainsi, contrairement aux résultats de la littérature [PHI93][REG94], nous n'avons pas observé de diminution de l'épaisseur de la couche d'oxydation de l'acier filière électrique. Il n'y a donc pas, dans notre cas, de ralentissement de la cinétique de croissance des oxydes lié à la présence en teneurs plus importantes des éléments résiduels. Nous pouvons avancer deux hypothèses à ces observations en contradiction

apparente avec la bibliographie. La première est liée aux températures d'oxydation. La température de bobinage en fin de laminage à chaud est comprise entre 600 et 700°C, c'est à dire dans une gamme de température où la cinétique d'oxydation n'est pas en régime stabilisée. La seconde hypothèse est que les éléments résiduels, tout au moins pour les teneurs étudiées dans le cadre de cette étude, ne retardent pas la croissance de la couche d'oxyde.

Toutes les analyses microstructurales effectuées dans la calamine montrent que les éléments résiduels, cuivre, nickel et chrome, apportés par les ferrailles lors de l'élaboration de l'acier présentent effectivement, même pour ces faibles concentrations, un comportement de migration dans la couche d'oxyde après laminage à chaud.

Concernant l'adhérence, nous nous appuyons sur les constatations industrielles qui montrent qu'aucun changement dans l'aptitude au décapage sur la ligne n'a été observé pour l'acier filière électrique. On peut en déduire qu'en raison de leur présence sous forme de précipités, pour les teneurs étudiées ici, les éléments résiduels n'entraînent aucune influence sur l'aptitude de la ligne de décapage à traiter ces aciers.

II. 2 - FRAGILITE DE L'ACIER APRES LAMINAGE A FROID

Le laminage à froid des premières bobines d'acier filière électrique a été marquée par de nombreux incidents. Il s'agissait de ruptures de la bande écrouie se produisant sur l'outil de production. En raison de la gravité de ces événements sur la production, nous nous sommes intéressés à l'écrouissage par laminage à froid de l'acier filière électrique afin de comprendre l'origine de la fragilité du métal de ces bobines.

II. 21 - Ecrouissage de l'acier

II. 21. 1 - Rappel sur l'écrouissage

Lorsque le métal subit une déformation plastique, il est dit écroui. Sa structure est altérée ; ses propriétés physiques et mécaniques sont modifiées.

L'énergie mise en jeu lors de la déformation plastique est en grande partie dissipée sous forme de chaleur. Mais une fraction est emmagasinée dans le matériau sous forme d'énergie

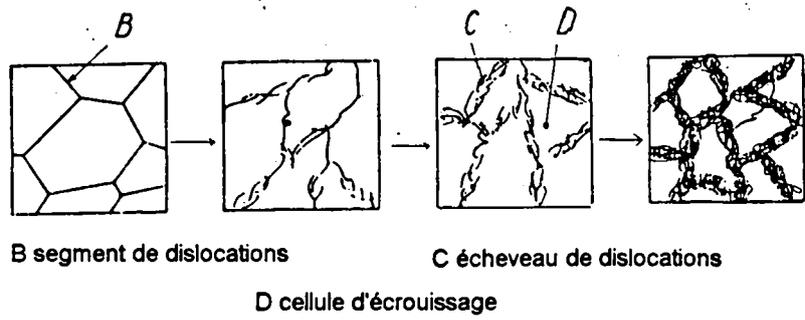


Figure 18 : Modifications structurales subies au cours de la déformation à froid pour un matériau à forte énergie de défaut d'empilement. [MON96]

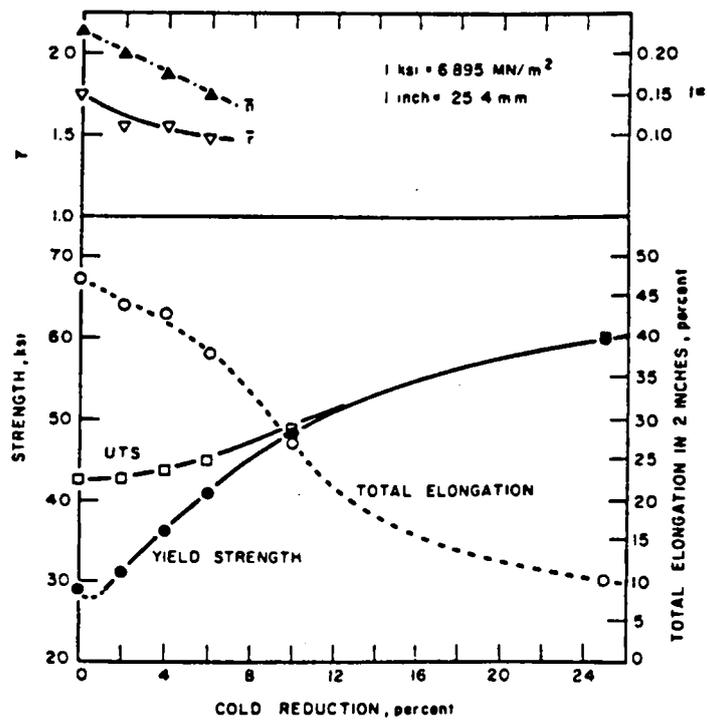


Figure 19 : Effet d'un faible écroissage sur les propriétés après recuit d'un acier calmé à l'aluminium. [MOU75]

de déformation associée à la création de défauts d'empilement, lacunes, dislocations. Le fer α déformé est caractérisé par une haute densité de dislocations, 10^8 à 10^{12} cm^{-2} , ainsi que par une concentration importante de lacunes [BEN91]. Le mouvement des dislocations permet la déformation plastique du métal et forme des cellules d'écroutissage (*figure 18*) [MON96].

L'énergie stockée (E) dépend du type de déformation exercé, de la vitesse de déformation (E augmente si la vitesse de déformation augmente), de la composition du métal et plus particulièrement des impuretés (E augmente si la concentration des impuretés augmente), de la température (E est important si la température de déformation est faible), de la taille initiale des grains (E augmente si la taille des grains diminue) [CHA93].

La déformation à froid conduit au durcissement du métal c'est à dire à une augmentation importante de la résistance du matériau à la déformation et parallèlement à une diminution notable de sa ductilité comme le montre par exemple P.R. MOULD (*figure 19*) [MOU75]. En effet, au cours de l'émission en nombre croissant de dislocations, le glissement dans un plan déterminé devient progressivement plus difficile car les dislocations s'ancrent en rencontrant des obstacles (défauts aux noeuds du réseau, autres dislocations). Le glissement des dislocations cesse dans ce plan et débute alors dans un autre groupe de plans. Mais le glissement devient de plus en plus difficile au fur et à mesure que la déformation progresse et que le nombre de dislocations augmente [SY68] [KUR91].

II. 21. 2 - Mesure de l'écroutissage par l'essai de traction

Durant le processus industriel de laminage à froid, la tôle d'acier subit un taux de réduction en épaisseur pouvant varier de 40 à 85%. Afin d'illustrer l'influence du taux de réduction sur les propriétés mécaniques de l'acier écroui, nous avons réalisé des essais de dureté (convertis en R_e et R_{max} grâce à une table d'équivalence) sur une même bobine d'acier en prélevant un échantillon à chaque nouvelle passe du laminoir, soit pour des taux de réduction différents.

La *figure 20* présente l'évolution des caractéristiques mécaniques en fonction du taux de réduction appliqué lors du laminage à froid. Lorsque le taux de réduction croît de 0 à 55%, la dureté HRB augmente de 72 à 100 HRB (soit pour R_e et R_{max} une évolution estimée entre 300 et 750 MPa pour l'un et de 400 à 750 MPa pour l'autre). Au delà de 55% de

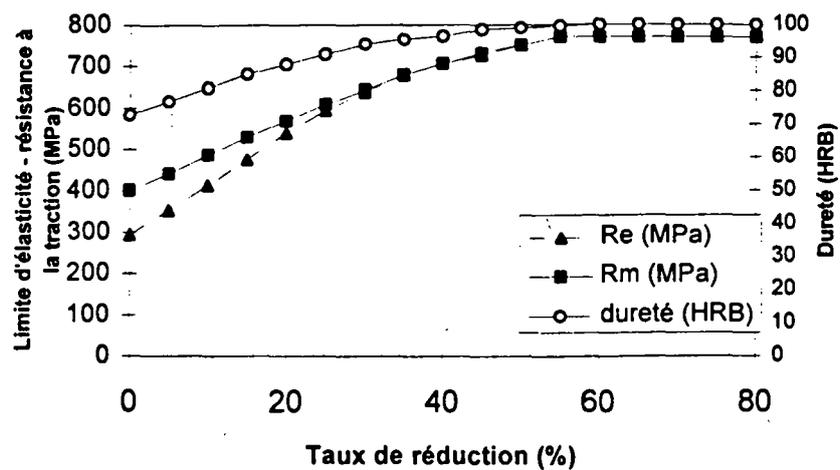


Figure 20 : Evolution des propriétés mécaniques en fonction du taux de réduction appliqué lors du laminage à froid

(acier filière électrique de composition = C : 38 ; Mn : 343 ; Rés. : 285 en millièmes de %)

réduction, soit au delà de 100 HRB, la mesure de dureté ne permet plus d'évaluer l'influence de l'érouissage sur les propriétés mécaniques.

II. 21. 3 - Mesure de l'érouissage par diffraction X

De nombreuses caractéristiques de la matière cristallisée et de l'acier dans le cas présent (propriétés mécaniques, électriques...) dépendent étroitement des orientations cristallographiques privilégiées que l'on définit comme la texture du matériau. Les figures de pôles sont traditionnellement utilisées pour représenter les textures cristallographiques. On utilise alors la diffraction X avec un goniomètre de texture qui soumet l'échantillon à une double rotation [PAR73] [BRO96].

L'appareil de diffraction X mis à notre disposition à l'Ecole Centrale de Lille n'étant pas équipé pour établir des figures de pôles, nous avons décidé d'utiliser l'observation de l'évolution des pics de diffraction pour les 4 raies principales du fer afin d'illustrer l'érouissage lié au laminage à froid de l'acier.

En effet, une raie de diffractogramme peut être décrite par plusieurs paramètres : sa position angulaire, sa largeur, sa hauteur, le bruit de fond dû à la diffusion. Les écarts de chacun de ces paramètres par rapport à la raie de référence sont représentatifs de variations de l'état microstructural du matériau [POM55] [THI79] [JI89].

Le *tableau 21* synthétise l'ensemble des informations pouvant être obtenues grâce à l'analyse d'un diffractogramme.

Paramètre du pic	Facteurs explicatifs
Position	- composition moyenne du volume diffractant - contraintes macroscopiques du volume diffractant
Intensité	- cristallinité et répartition des phases - ordre - distribution des orientations des domaines cohérents
Elargissement et forme	- distribution des compositions chimiques - distribution des déformations des domaines cohérents - taille des domaines cohérents de diffraction

Tableau 21 : Paramètres principaux d'un pic de diffraction et facteurs influençant ces paramètres

[JI89].

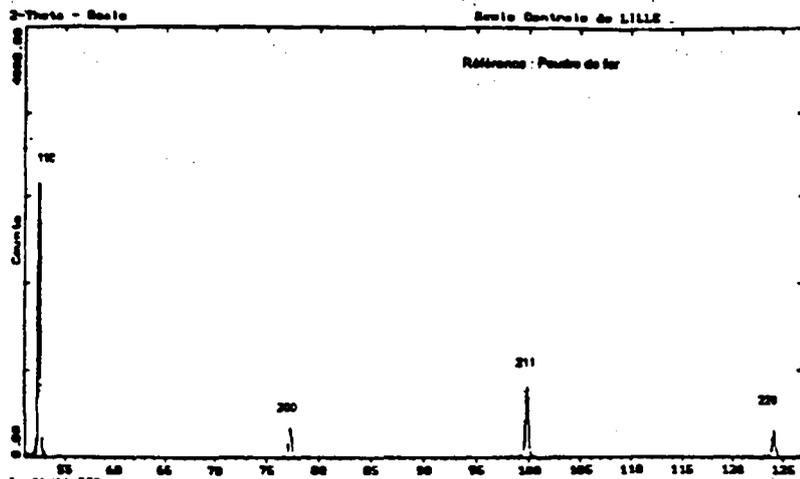


Figure 22 : Spectre par diffraction X de la poudre de fer

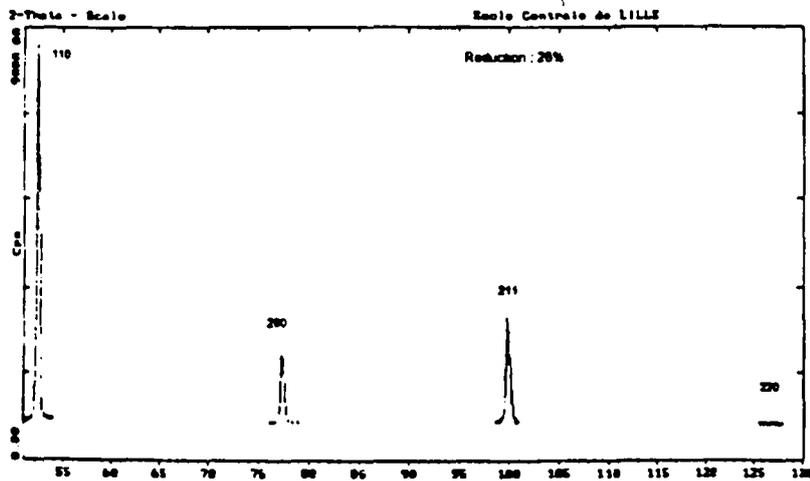


Figure 24 : Spectre par diffraction X de l'acier doux écroui à 26% (sens travers)

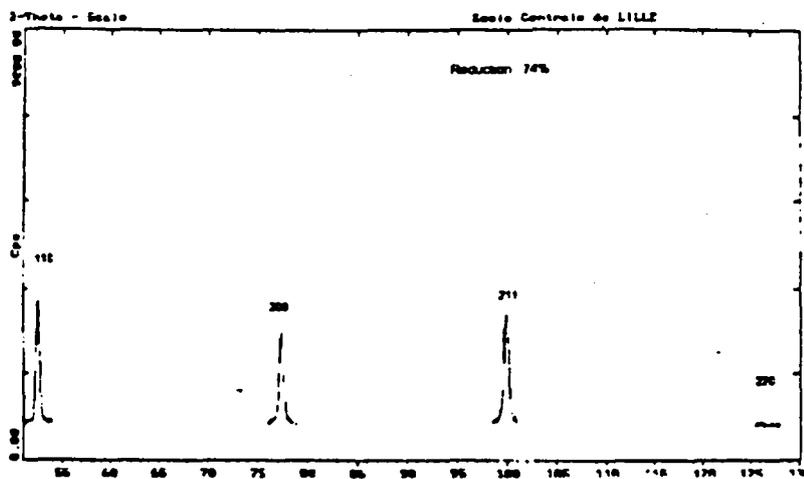


Figure 25 : Spectre par diffraction X de l'acier doux écroui à 74% (sens travers)

- *Evolution des profils des raies de diffraction X en fonction de l'écroutissage :*

Pour une même bobine d'acier filière fonte (composition = C : 0,047%; Mn : 0,230%; Rés. : 0,050%), nous avons mesuré le spectre de diffraction X pour différents taux de réduction (26, 42, 55, 66 et 74%). L'observation a été réalisée en plaçant l'échantillon face au goniomètre suivant le sens travers, c'est à dire perpendiculairement au sens de laminage, et suivant le sens long.

Dans un premier temps, nous avons comparé le spectre de cet acier obtenu pour différents taux de réduction avec le spectre de diffraction X de référence, produit par une poudre de fer recuite (composition : 99.9% Fe). Cet échantillon est en effet exempt de toute texture et de défauts cristallins et présente une distribution aléatoire des orientations cristallographiques.

- *La référence : la poudre de fer*

Le spectre de diffraction de la poudre de fer, donné par la *figure 22*, présente 4 raies caractéristiques du fer, dans le domaine angulaire analysé, soit les familles de plans {110}, {211}, {200}, {220}. Si on établit un classement par ordre d'intensité décroissante, on trouve les raies (110), (211), (200), (220). La raie principale (110) a une intensité de diffraction très largement supérieure aux autres raies.

Pour représenter l'évolution relative des différentes raies de diffraction X d'un échantillon donné, nous avons calculé pour chaque spectre l'intensité relative de chaque raie, à savoir le rapport de l'intensité I de cette raie sur l'intensité I_0 de la raie la plus intense (110). Nous obtenons ainsi une image de l'évolution des orientations cristallographiques du métal en fonction du taux de déformation appliqué lors du laminage à froid.

- *Suivant le sens travers : figure 23*

Les intensités relatives calculées pour les taux de réduction de 26, 42 et 55% donnent un ordre d'intensité décroissante des raies (110), (211), (200), identique à la poudre de fer de référence. Toutefois, comme on peut le voir sur la *figure 24* présentant le spectre de l'acier pour un taux de réduction de 26%, la raie (220) n'est pas présente. De même, les raies (211) et (200) deviennent plus intenses quand le taux de réduction augmente. Pour 66% de réduction, la raie la plus intense devient la raie (211). Pour 74% de réduction, on retrouve le

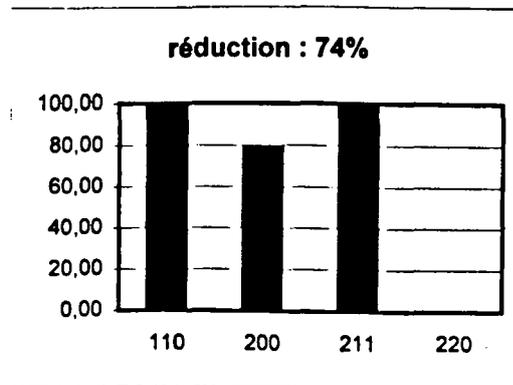
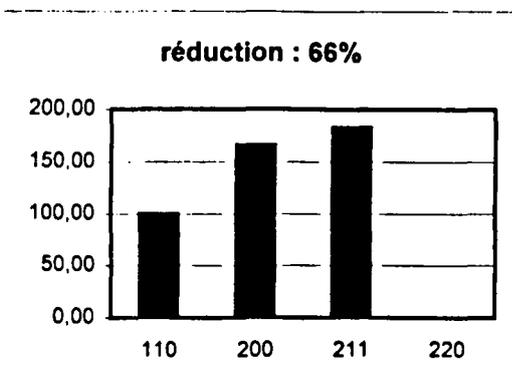
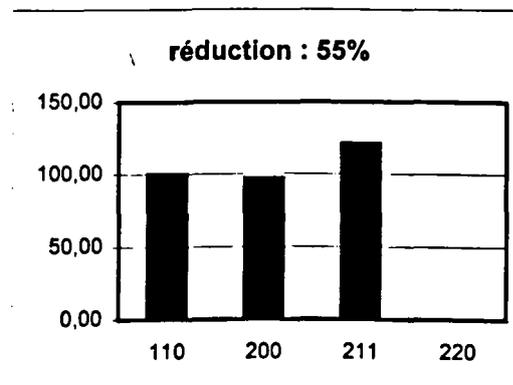
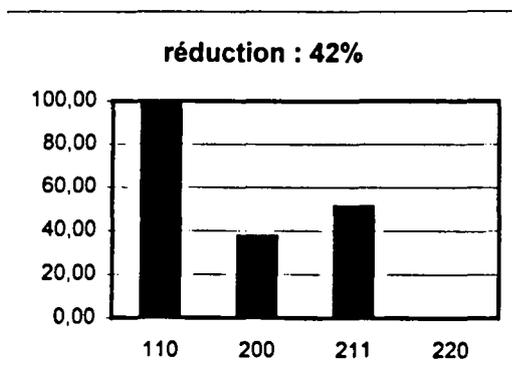
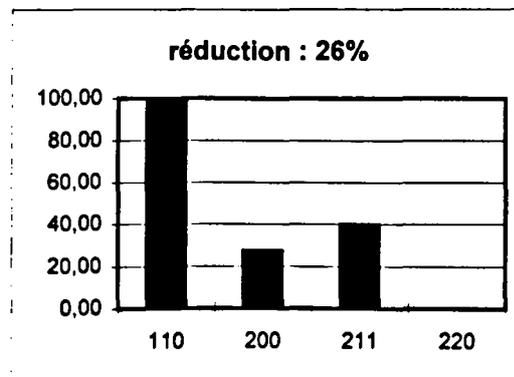
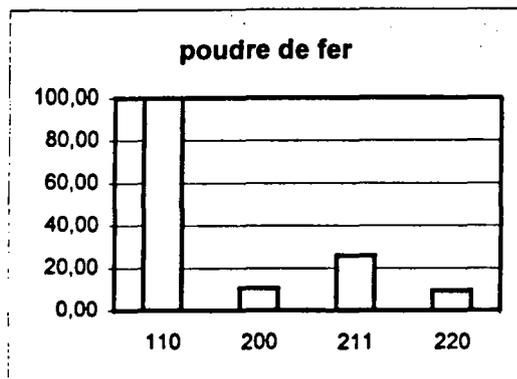
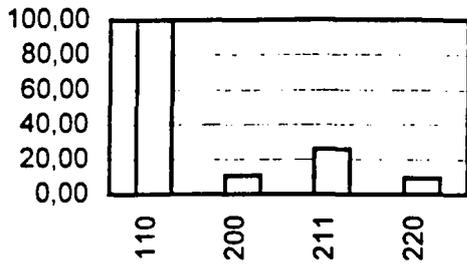
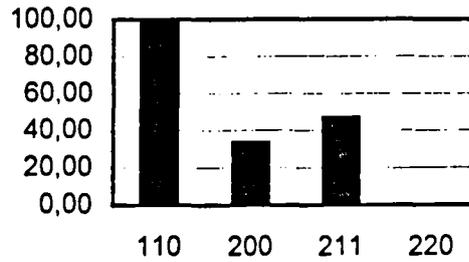


Figure 23 : Intensité relative de chaque raie de diffraction par rapport à la raie (110) pour le sens travers (acier filière fonte de composition = C : 47, Mn : 230, Rés. : 50 en millièmes de %)

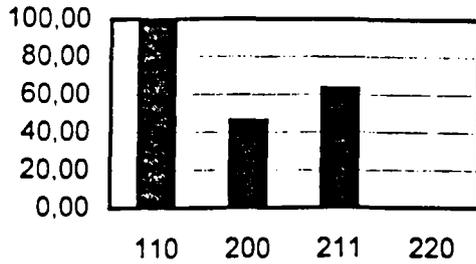
poudre de fer



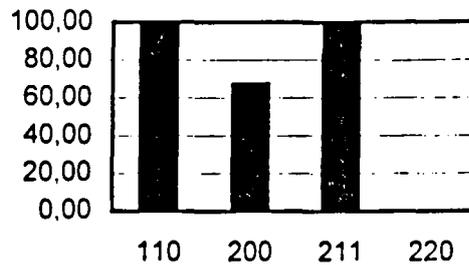
réduction : 26%



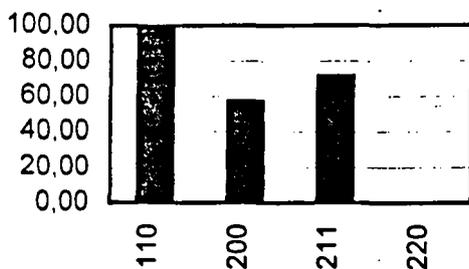
réduction : 42%



réduction : 55%



réduction : 66%



réduction : 74%

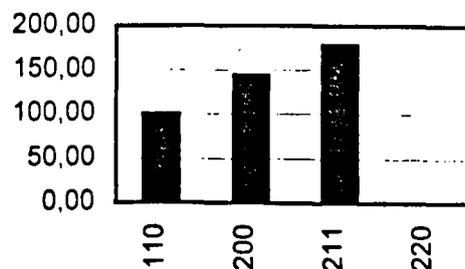


Figure 26 : Intensité relative de chaque raie de diffraction par rapport à la raie (110) pour le sens long (acier filière fonte de composition = C : 47, Mn : 230, Rés. : 50 en millièmes de %)

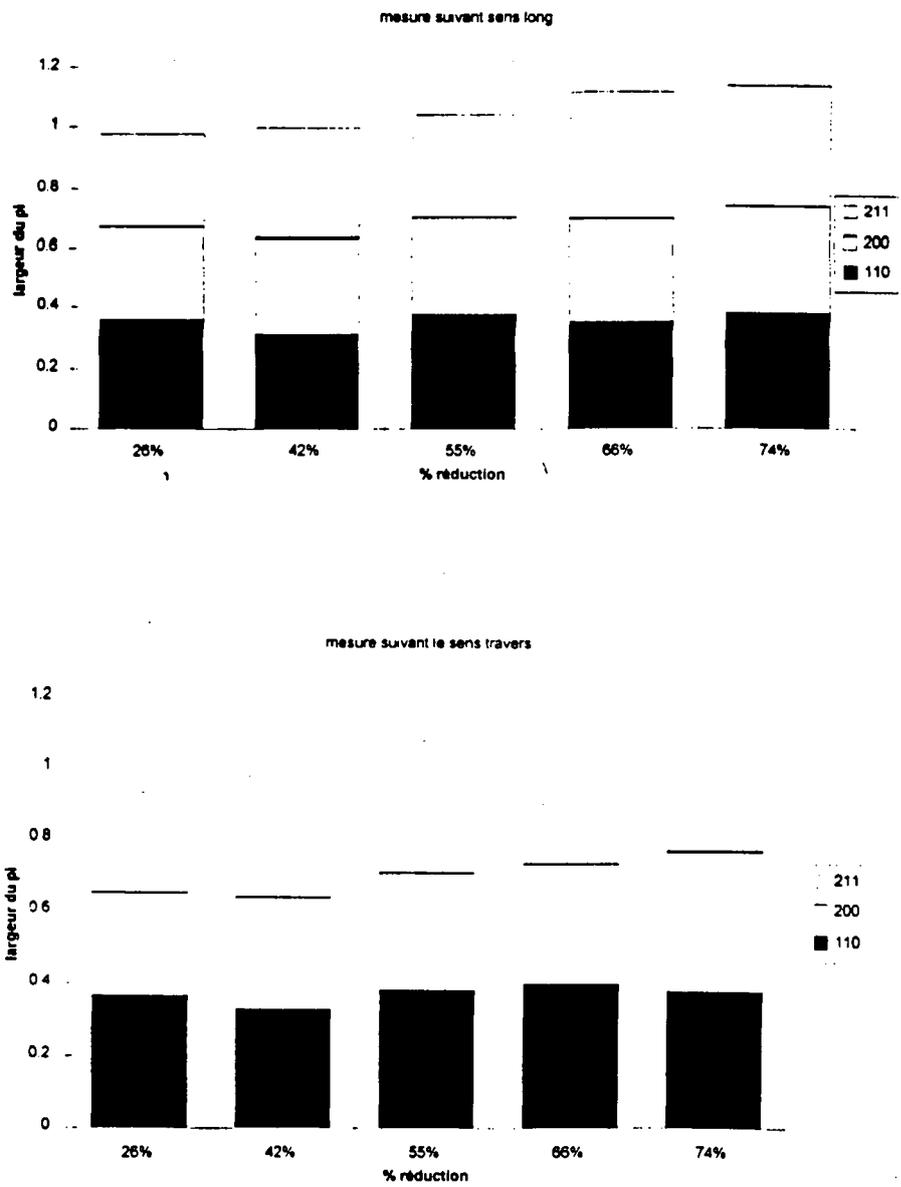


Figure 27 : Evolution du cumul des largeurs à mi-hauteur des raies (110) (200) (211) d'un acier doux en fonction du taux de réduction
(acier filière fonte = C : 47; Mn : 230; Res. : 92 en millièmes de %)

même ordre d'intensité des raies que pour la poudre de fer, à l'exception de la raie (220) non présente, comme le montre le spectre de la *figure 25*.

- *Suivant le sens long : figure 26*

Comme pour le sens travers, pour les taux de réduction de 26, 42, 55 et 66%, l'ordre d'intensité des raies (110), (211), (220) est similaire à celui de la poudre de fer. La comparaison des intensités relatives pour les taux de réduction de 26, 42 et 55% montre que les raies (211) et (200) s'intensifient quand le taux de réduction augmente. Pour 74% de réduction, l'ordre des intensités des trois raies change par rapport à la référence choisie.

Dans un second temps, nous avons analysé l'évolution de la largeur à mi-hauteur des raies en fonction du taux de réduction. Les résultats sont donnés sous forme d'histogrammes par la *figure 27*. Chaque barre d'histogramme correspond au cumul des largeurs à mi-hauteur des différentes raies pour un taux de réduction donné. Le cumul des largeurs des raies (110), (200) et (211) augmente avec le taux de réduction pour le sens long et le sens travers.

Nous avons réalisé la même étude pour un acier filière électrique (composition = C : 0,048% ; Mn : 0,267% ; Rés. : 0,233%) pour des taux de réduction de 0, 17 et 51%. L'observation des histogrammes de la *figure 28* conduit à des conclusions identiques que pour l'acier filière fonte.

Ainsi, jusqu'à environ 50-55% de réduction, l'intensité des raies évolue avec le taux de réduction de la même manière suivant le sens long et le sens travers. Au delà de 50-55% de réduction, l'évolution de l'intensité des raies (110), (200) et (211) devient différente suivant les sens long et travers. On observe alors une anisotropie de la structure cristallographique. Quant à l'élargissement des raies, il est significatif de l'augmentation de l'écrouissage avec le taux de réduction.

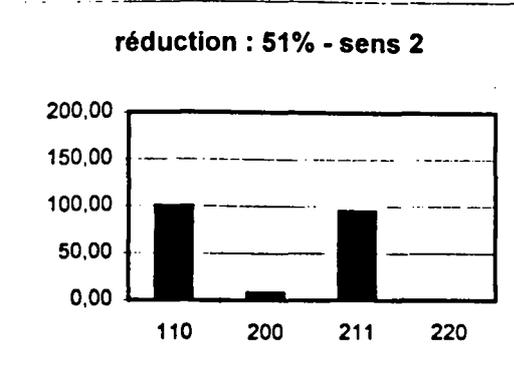
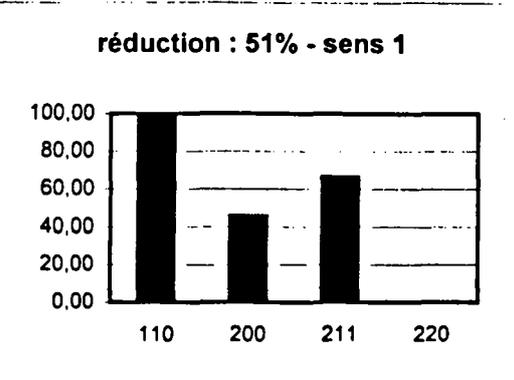
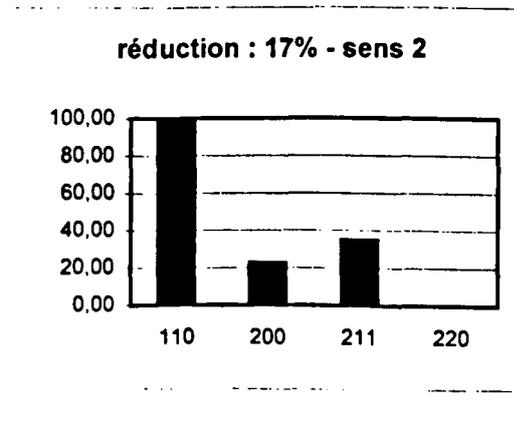
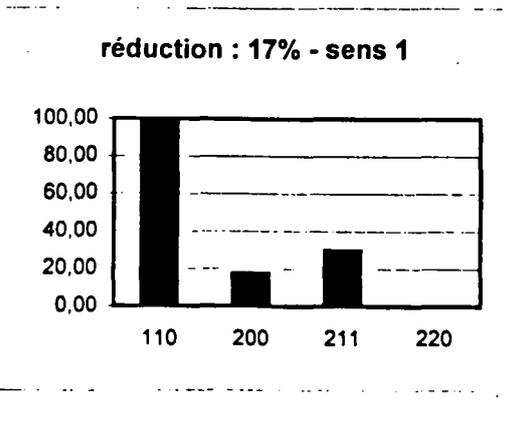
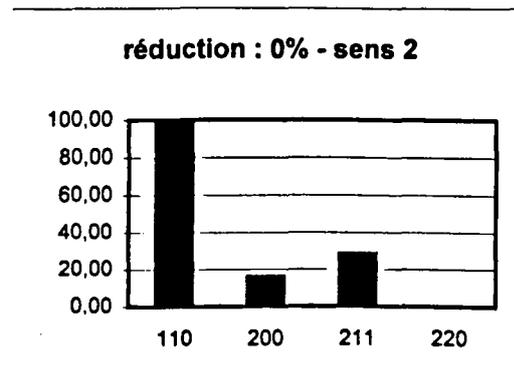
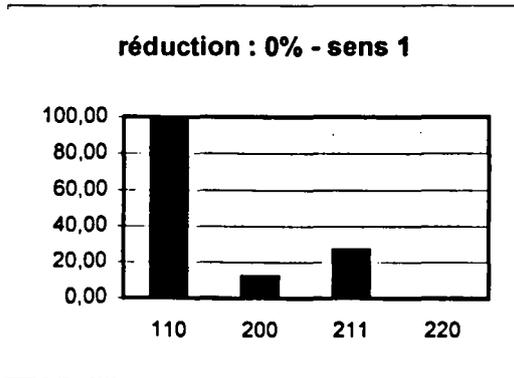
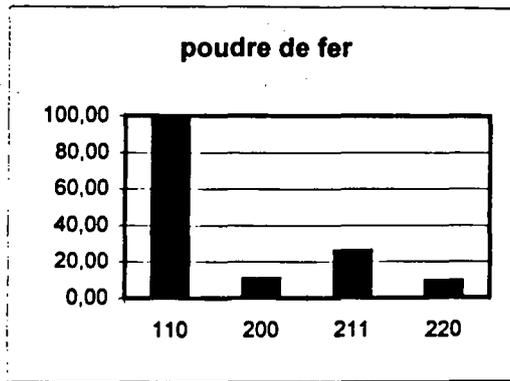


Figure 28 : Intensité relative de chaque raie de diffraction par rapport à la raie (110)
 (acier filière électrique de composition = C : 48, Mn : 267, Rés. : 233 en millièmes de %)

II. 22. 2 - Fragilité après écrouissage de l'acier filière électrique

Après avoir décrit en terme de résultats de l'essai de traction les évolutions des caractéristiques mécaniques entraînées par l'écrouissage et par diffraction X les changements d'orientation cristallographique de la structure, intéressons nous maintenant au problème industriel apparu pour l'acier filière électrique laminé à froid. Le *tableau 29* récapitule la composition chimique et le taux de réduction des différentes bobines laminées à froid en acier filière électrique ayant cassé sur la ligne de galvanisation avant le four de recuit.

BOBINE	Epaisseur initiale (10 ⁻³ mm)	Epaisseur finale (10 ⁻³ mm)	Taux de réduction (%)	Composition chimique (millièmes de %)															
				C	Mn	S	P	Si	Al	N	Cu	Ni	Cr	Mo	Sn	Ti	As	Cu+Ni+Cr+Mo	
B1	200	38	81	52	244	13	10	7	37	42	133	37	48	4	11	4	*		222
B2	250	57	77,2	50	330	11	6	8	56	115	150	59	44	8	17	*		10	261
B3	200	42	79	39	353	17	12	12	59	56	129	62	60	10	15	2	*		261
B4	200	41	79,5	39	353	17	12	12	59	56	129	62	60	10	15	2	*		261
B5	250	47	81,2	64	353	13	6	15	89	104	149	76	47	10	17	1	11		282
B6	250	46	81,6	56	310	15	6	7	51	140	115	104	52	19	8	*	*		290
B7	250	47	81,2	56	298	16	5	15	35	91	160	78	47	10	18	1	13		295

Moyenne (Cu+Ni+Cr+Mo)

267

Tableau 29 : Composition chimique et taux de réduction

des bobines cassées sur la ligne

On remarque que dans tous les cas le taux de réduction de ces bobines est supérieur à 77%. Toutefois, ce paramètre étant commun avec des bobines en acier filière fonte n'ayant pas occasionné ce type de problème, il est insuffisant pour expliquer les ruptures de bandes écrouies. Par contre, la teneur en éléments résiduels, cuivre, nickel, chrome et molybdène, contenus dans les aciers élaborés dans les fours électriques est largement supérieure (0,267 % en moyenne) aux teneurs généralement trouvées dans les aciers provenant des haut - fourneaux (0,110% en moyenne - voir § I. 3 - 2^o partie). Nous pouvons faire l'hypothèse que c'est cette teneur excessive qui est responsable des casses observées.

Nous appuyons cette hypothèse sur différentes publications qui démontrent le caractère néfaste d'une teneur trop importante en éléments résiduels sur le formage à froid de l'acier. P. NILLES [NIL94] souligne que la teneur en chrome, nickel et molybdène doit être limitée dans le cas des aciers laminés à froid afin de ne pas poser de problème. J.L. HURLEY et al [HUR71] ont déterminé, par de multiples régressions linéaires sur les résultats après déformation à froid par extrusion d'acier à bas carbone (C < 0,03 %), l'évolution de la limite

d'élasticité à 0,2% de déformation en fonction de la composition chimique de l'acier. B.M. GLASGAL [GLA89] complète cette formule en rajoutant l'effet du cuivre :

$$R_{e0,2} (10^{-3} \text{ MPa}) = 0,33 + 0,49 (\%C) + 0,21 (\%Si) + 0,11 (\%Mn) \\ + 0,078 (\%Mo) + 0,057 (\%Cr) + 0,045 (\%Ni + \%Cu)$$

Nous avons utilisé cette dernière formule, à titre indicatif en raison des teneurs supérieures en carbone et manganèse dans notre cas, pour évaluer l'évolution de la limite d'élasticité $R_{p0,2}$ du métal écroui, induite par les éléments résiduels.

L'influence ΔR liée à la présence des seuls éléments appelés résiduels est donnée par :

$$\Delta R = 0,078 (\%Mo) + 0,057 (\%Cr) + 0,045 (\%Ni + \%Cu)$$

Pour l'acier filière fonte Résiduels = 0,110 % en moyenne
avec Cu : 0,044% Ni : 0,031% Cr : 0,035% Mo : 0,003% d'où $\Delta R = 5,6$ MPa

Pour les bobines rompues Résiduels = 0,267 % en moyenne
avec Cu : 0,138% Ni : 0,068% Cr : 0,051% Mo : 0,010% d'où $\Delta R = 13$ MPa

On remarque que les éléments résiduels présents dans la composition de l'acier filière électrique des bobines ayant cassé au cours de la mise en forme représentent une augmentation de $R_{p0,2}$ après déformation à froid par rapport à l'acier filière fonte, de l'ordre de 7,4 MPa. Cette évolution sur la limite d'élasticité, résultante de la présence du cuivre, nickel, chrome et molybdène dans l'acier, paraît négligeable par rapport à 770 MPa, limite d'élasticité de l'acier au delà de 70% de réduction.

En fait, c'est le caractère fragile de l'acier qui se trouve amplifié par la présence des résiduels. Pour l'acier filière électrique, déjà fortement fragilisé par un écrouissage très important (taux de réduction supérieur à 77%), il semblait donc nécessaire de limiter au maximum la teneur en éléments résiduels lors de l'élaboration. Suite à ces observations, une mesure d'urgence visant à limiter la teneur en éléments résiduels à 0,250% maximum dans l'acier filière électrique a permis depuis d'éliminer toute casse de bande écrouie sur la ligne de production.

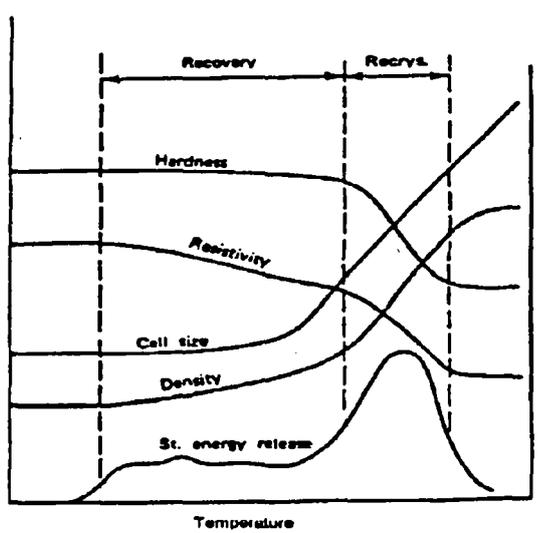


Figure 30 : Evolution des propriétés microstructurales et physiques de l'acier lors du recuit de recristallisation [REE]

II. 3 - DIFFICULTES RENCONTREES AU RECUIT DE RECRISTALLISATION

Le recuit de recristallisation réalisé dans le four de la ligne de galvanisation est une étape critique pour les propriétés finales du produit. La maîtrise de la qualité et des caractéristiques mécaniques de la tôle galvanisée passe par la réussite de cette étape. Nous allons tout d'abord faire une synthèse bibliographique sur l'influence des éléments résiduels sur le recuit de recristallisation de l'acier. Puis, nous analyserons les résultats obtenus en laboratoire pour des échantillons d'acier filière électrique dont nous avons fait varier les conditions de recuit, à savoir la durée du maintien dans le four, mais également le taux de réduction, la composition chimique et plus particulièrement la teneur en manganèse et en éléments résiduels dans l'acier.

II. 31 - Influence des résiduels sur la recristallisation : synthèse bibliographique

II. 31. 1 - Rappels sur la recristallisation

Le recuit de recristallisation permet la dissipation de l'énergie stockée lors de l'écroutissage à froid de l'acier. Le recuit se traduit par des phénomènes successifs bien décrits dans la littérature [CAH70][REE][CHA93] qui font évoluer les propriétés microstructurales et physiques du matériau (*figure 30*).

- *La restauration* :

C'est une réduction du nombre de dislocations et un réarrangement de celles-ci de façon à atteindre une configuration énergétique plus faible donc plus stable. Les trois étapes sont :

- i) montée des dislocations pour les matériaux à forte énergie de défaut d'empilement (cas du fer α) ;
- ii) coalescence des cellules, les dislocations s'organisant en cellules pour former des sous - joints délimitant des sous - grains peu désorientés les uns par rapport aux autres. C'est la polygonalisation ;
- iii) coalescence des sous - grains adjacents.

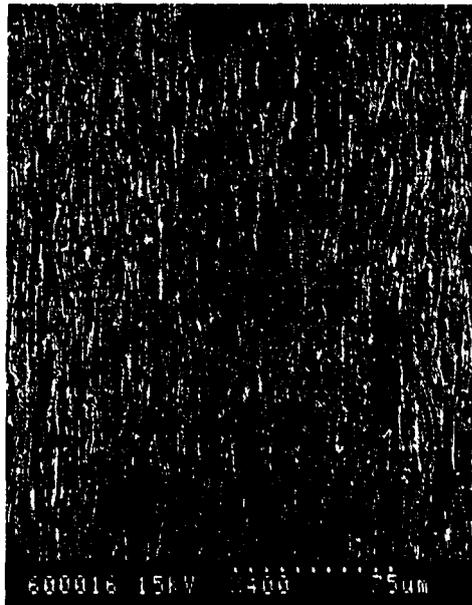


Figure 31 : Structure typique de la matrice écouie de l'acier



Figure 32 : Germination au sein de la matrice écouie

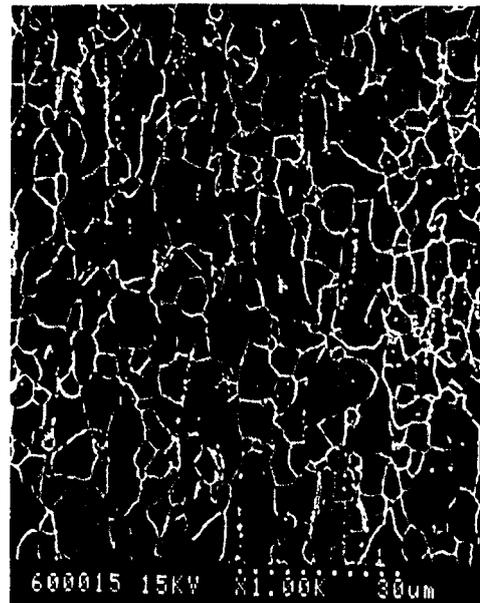


Figure 33 : Structure de l'acier recristallisé

- La recristallisation statique : la germination et la croissance de nouveaux grains

Ce mécanisme met en jeu la migration des joints de grains. C'est le résultat de la croissance d'une cellule d'écroutissage située près d'une hétérogénéité d'orientation ou de déformation [BAI62][CHA93]. La *photo 31* réalisée au MEB sur un échantillon d'acier filière électrique montre la microstructure typique de l'acier après écroutissage. Quant à la *photo 32*, elle illustre la germination de nouveaux grains au sein de la matrice écrouie.

Il existe une déformation critique qui représente la quantité d'énergie minimale à emmagasiner pour activer la recristallisation. G. POMEY [POM55] montre que lorsque le taux de réduction est inférieur à 30%, la recristallisation correspond en fait à un grossissement discontinu de grains. Au delà de 30%, la germination véritable s'établit. La vitesse de migration des joints de grains va conditionner la vitesse de la recristallisation.

La croissance des germes lors de la recristallisation est liée au mouvement des joints de grains qui sont entraînés par une force motrice, liée à la densité de dislocations. Les germes, équiaxes en début de développement, ont une croissance plus rapide dans le sens du laminage. Ils ont tendance à suivre les anciens joints de grains pour minimiser l'énergie superficielle. Il y a alors formation d'une texture de recristallisation [BEG79].

En fin de recristallisation, la matrice écrouie initiale a totalement disparu au profit des nouveaux grains (*photo 33*). La taille des grains recristallisés dépend de la composition chimique du matériau, de la taille initiale des grains mais également du taux de réduction et de la cinétique de recristallisation (temps - température).

II. 31. 2 - Influence des éléments résiduels sur la recristallisation

Les éléments résiduels présents dans la matrice ségrègent aux joints de grains et interagissent avec ceux-ci. Cette interaction est analogue à l'interaction existante entre les atomes d'impuretés et les dislocations [LEG97]. L'effet des solutés sur le retard de la croissance des germes varie avec les éléments concernés et semble lié à l'amplitude de la déformation du réseau engendrée par la présence de ces atomes intercalés. Le mécanisme de traînage des impuretés par les joints de grains en mouvement va agir sur leur vitesse de migration V qui devient :

$$V = F \cdot \alpha \cdot 1/C_{ss} \cdot U/kT \cdot D_i/kT \cdot \exp(-Q_i - U/kT) \quad [\text{CHA93}]$$

avec D_i : constante de diffusion des impuretés en solution solide au voisinage du joint,

Q_i : énergie d'activation des impuretés,

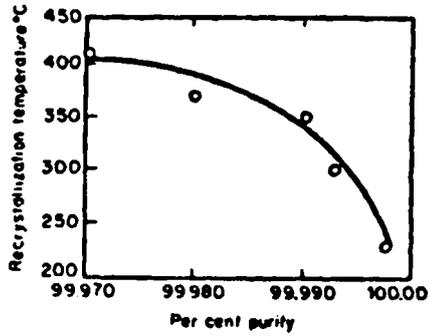


Figure 34 : Effet des impuretés sur la température de recristallisation de l'aluminium écroui à 80 %.[REE]

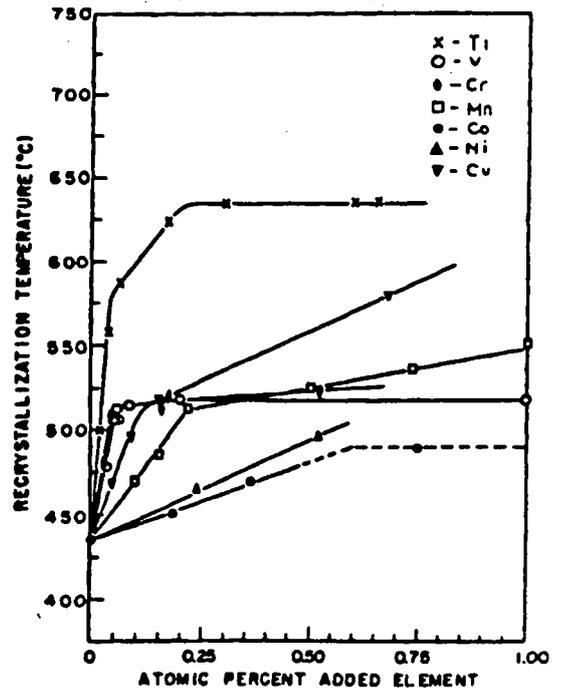


Figure 35 : Température de recristallisation en fonction du pourcentage atomique des éléments d'addition.[ABR60]

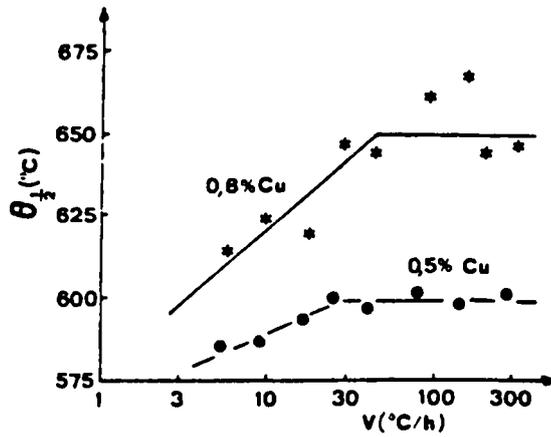


Figure 36 : Effet de la vitesse de chauffe V sur la température de demi-recristallisation $\Theta_{1/2}$. [AUB75]

- C_{ss} : concentration des impuretés en solution solide,
- U : énergie d'interaction entre les impuretés et le joint,
- T : température absolue de recuit,
- α : constante expérimentale,
- k : constante de Boltzmann.

On montre ainsi qu'une teneur de 0,001% d'atomes interstitiels dans la solution solide peut augmenter la température de recristallisation de plusieurs centaines de degrés (*figures 34 et 35*) [REE][ABR60]. Différents articles présentent ainsi l'action des divers éléments d'impureté susceptibles d'être présents dans l'acier et le retard qu'ils provoquent dans la recristallisation du fer pur [MOU75][STE83].

Plus précisément Ph. AUBRUN présente le rôle du cuivre sur la recristallisation d'aciers extra-doux calmés à l'aluminium [AUB75]. Une première étude l'avait amené à mettre en évidence que la recristallisation de l'acier extra-doux calmé à l'aluminium est commandée par les interactions qui s'exercent entre le front de recristallisation en mouvement et des atomes d'aluminium en solution solide, et non par des précipités de nitrure d'aluminium. Etendue au cas des aciers extra-doux contenant du cuivre, l'étude aboutit à des conclusions semblables, à savoir que la recristallisation de l'acier extra-doux contenant du cuivre et laminé à froid est contrôlée par des atomes de cuivre en solution solide et non par des composés riche en cuivre. De plus, bien que le cuivre retarde fortement la recristallisation, comme le montrent les courbes retraçant l'évolution de la température de demi-recristallisation avec la vitesse de chauffe pour des teneurs en cuivre de 0,8% et 0,5% (*figure 36*), il n'exerce qu'une influence réduite sur la forme et la taille des grains et sur la texture.

II. 32 - Effet des éléments résiduels sur le recuit : étude expérimentale

Afin d'évaluer au mieux l'influence des éléments résiduels, nous avons réalisé de nombreux essais de recuit visant à séparer l'influence des différents paramètres agissant sur la recristallisation.

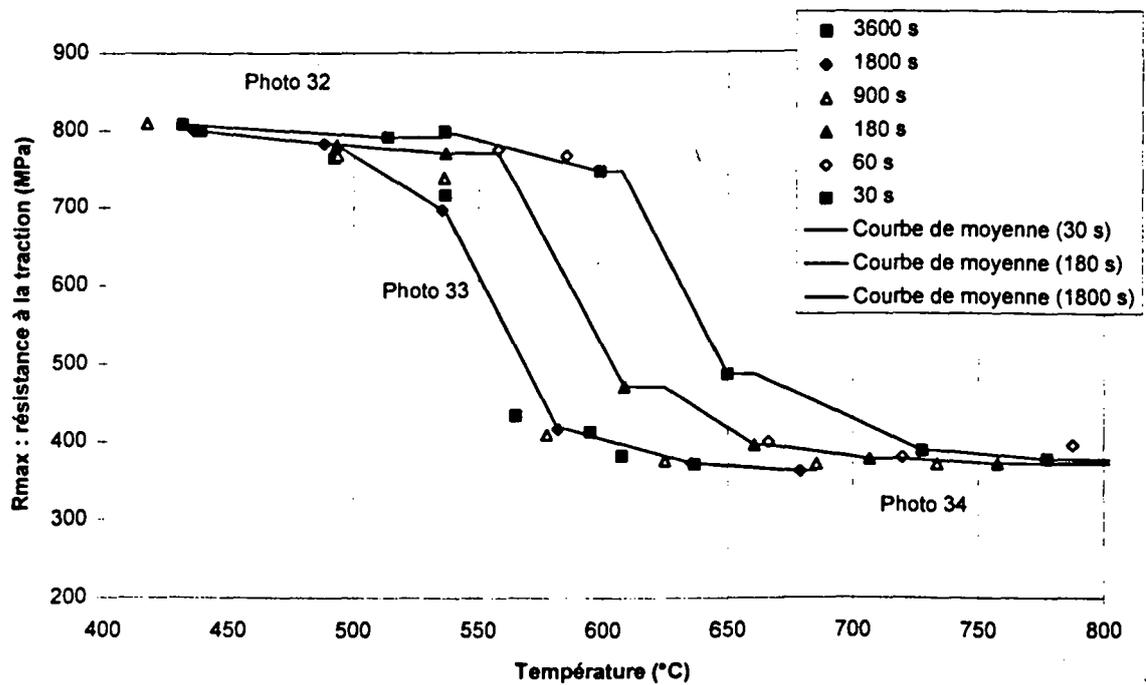


Figure 37 : Courbe de recristallisation en fonction de la température pour différents temps de maintien pour un acier filière électrique (composition : C : 42, Mn : 212, Rés. : 107 millièmes de %. Taux de réduction : 72.4%)

Nous avons, entre autre, observé l'influence du cycle thermique temps - température de recuit, du taux de réduction, de la composition chimique et plus particulièrement du manganèse et des éléments résiduels.

Tous les essais de recuit ont été réalisés dans un four tubulaire de laboratoire chauffé par résistances électriques. La température du four est indexée et maintenue par une régulation. Les essais sont réalisés sous atmosphère ambiante. Des thermocouples de type K, soudés sur l'échantillon, mesurent la température réellement atteinte en fin de cycle au moment où l'échantillon est sorti du four. C'est cette température qui est reprise dans nos résultats. L'échantillon est ensuite laissé à refroidir sous atmosphère ambiante. Pour simuler le cycle thermique de la ligne de production, la durée du maintien dans le four est de 3 minutes, sauf pour les essais visant à évaluer l'influence du couple temps-température sur le recuit.

II. 32. 1 - Influence du couple temps - température sur le recuit

Sur différents échantillons d'acier filière électrique (composition = C : 0,042% ; Mn : 0,212% ; Rés. : 0,107%), ayant un taux de réduction de 72,4%, nous avons fait varier la durée du traitement thermique entre 30 et 3600s pour différentes températures de recuit (entre 450 et 800°C).

La *figure 37* présente la résistance à la traction R_{max} en fonction de la température pour différentes durées de traitement. Quelle que soit la durée du traitement thermique, pour des temps variant entre 3600 s et 30 s, la courbe de recristallisation présente toujours la même forme, typique d'une courbe de recristallisation.

Elle présente un premier palier horizontal, où la résistance à la traction de l'acier n'évolue pas quelle que soit la température inférieure à T_i , pendant lequel s'effectue la restauration. T_i est de l'ordre de 500°C pour les temps long compris entre 3600 et 900 s, 550°C pour les temps médian de 180 s et 600°C environ pour les temps les plus courts de 60 et 30 s.

Puis, la résistance à la traction diminue très rapidement. Cette zone correspond à la croissance des germes de recristallisation. La pente est constante quelle que soit la durée du traitement thermique.

Pour les températures supérieures à T_f , la courbe présente un nouveau palier horizontal pour lequel la résistance à la traction n'évolue plus en fonction de la température. T_f est de l'ordre

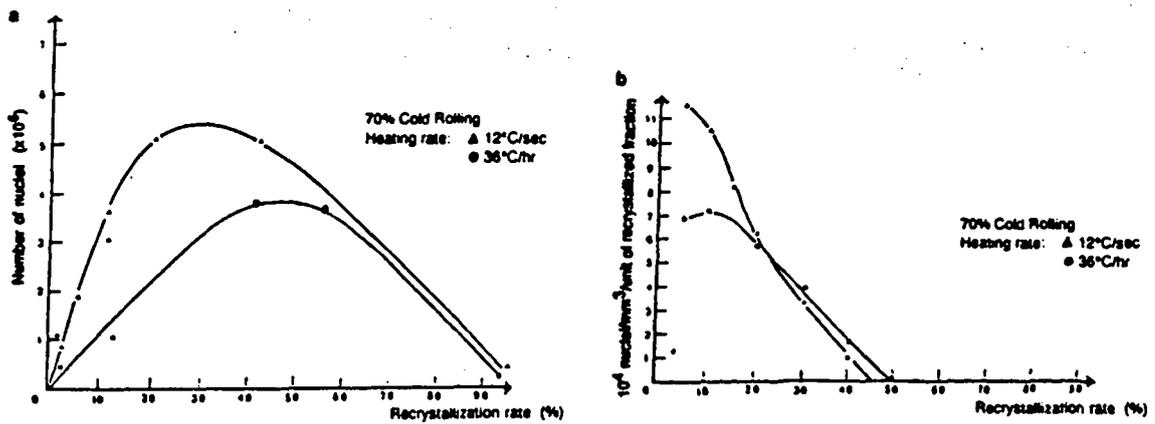


Figure 38 : Comparaison entre les recuits base et continu :

- a) taux de recristallisation et nombre de germes ($\leq 3 \mu\text{m}$)
- b) taux de recristallisation et vitesse de germination [LAN91]

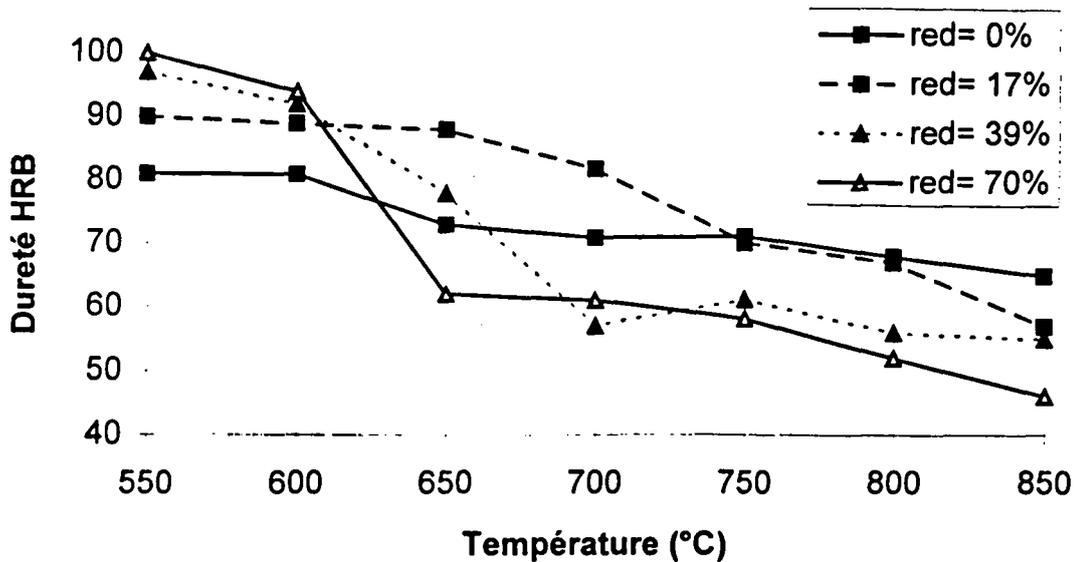


Figure 39 : Courbes de recristallisation en fonction du taux de réduction
(acier filière électrique de composition = C : 49, Mn : 297, Rés. : 205 en millièmes de %)

de 630°C pour les temps longs compris entre 3600 s et 900 s, 660°C pour un traitement de 180 s et 700°C environ pour 30 s de maintien dans le four. La recristallisation de l'acier est alors achevée. On n'observe pas de phénomène de grossissement des grains qui se traduirait obligatoirement par une diminution des caractéristiques mécaniques du métal.

On montre ainsi qu'il existe un décalage vers les hautes températures lorsque le temps de recuit diminue et que la résistance à la traction de l'acier recristallisé est d'autant plus faible que le temps de maintien est long.

On retrouve en fait, un phénomène largement étudié et expliqué dans la littérature à savoir que plus le temps de recuit est faible, plus la température de recristallisation est élevée. C'est l'équivalence temps-température. De plus, le nombre de germes de recristallisation ainsi que la vitesse de germination augmentent avec la vitesse de chauffage, comme on peut le voir sur les courbes de la *figure 38* proposée par V. LANTERI [LAN91], conduisant à une taille de grains recristallisés plus petite et donc à des caractéristiques mécaniques plus élevées.

II. 32. 2 - Influence du taux de réduction sur la recristallisation

Sur des échantillons prélevés sur la même bobine d'acier filière électrique (composition = C : 0,049% ; Mn : 0,297% ; Rés. : 0,205%) et laminés avec différents taux de réduction de respectivement 0, 17, 39 et 70%, nous avons réalisé un recuit pendant 3 minutes sous atmosphère ambiante dans un four électrique tubulaire à des températures variant de 550 à 850°C.

La *figure 39* donne les courbes de recristallisation pour chaque taux de réduction, à savoir l'évolution de la dureté HRB en fonction de la température.

Pour l'échantillon brut de laminage à chaud (0% de taux de réduction), la courbe est relativement plate. Il n'y a pas de germination ni recristallisation, le cycle thermique occasionne uniquement le grossissement des grains visible par une légère décroissance de la dureté qui évolue d'environ 80 HRB à 550°C, à 70 HRB à 850°C.

A partir de 17 % de taux de réduction par laminage à froid, la courbe présente une décroissance de la dureté suivant une pente douce mais toutefois significative, allant de 90 à 65 HRB, traduisant la recristallisation. On peut ainsi définir l'écrouissage critique à 17% de

taux de réduction, c'est à dire la déformation nécessaire pour créer la quantité d'énergie minimale permettant d'activer la recristallisation.

Lorsque le taux de réduction augmente, la diminution de la dureté en fonction de la température devient plus brutale, comme on peut le voir pour la courbe à 39% de réduction, la dureté variant entre 97 HRB à 550°C et 60 HRB pour 850°C, ainsi que pour la courbe de recristallisation à 70% de taux de réduction (variation de 100 HRB à 50 HRB entre 550°C et 850°C). On remarque de plus que la température de fin de recristallisation est d'autant plus basse que le taux de réduction est important. On observe ainsi une température de fin de recristallisation de 700°C pour 39 % et de 650°C pour 70 % de taux de réduction.

La cinétique de recristallisation est d'autant plus rapide que le taux de réduction est important. L'énergie emmagasinée lors de l'écroutissage à froid augmente avec le taux de réduction en renforçant la désorientation du réseau aux niveaux des joints de grains, améliorant ainsi la mobilité de ceux-ci.

Pour de forts taux de réduction, les grains recristallisés issus de germes plus nombreux présentent des tailles plus réduites se traduisant par une plus grande dureté de l'acier. La vitesse de germination et le nombre de germes dépendent du niveau de déformation initiale.

II. 32. 3 - Influence de la composition chimique de l'acier sur la recristallisation

- Le manganèse :

Avec le carbone, le manganèse est l'un des éléments les plus importants dans l'élaboration de l'acier. Ajouté en premier lieu en aciérie pour fixer le soufre et l'oxygène dans l'acier liquide, le manganèse est également, par le tonnage consommé, l'élément d'alliage le plus important dans l'acier. Il abaisse la température de transformation de l'austénite γ en ferrite α et influence les propriétés mécaniques de l'acier : résistance, ductilité, dureté et soudabilité.

A ce titre, et étant également le seul élément d'alliage entrant en quantité dans la composition chimique de l'acier doux, nous avons souhaité élargir les paramètres de l'étude sur le recuit en dissociant bien l'influence du manganèse d'une part et des éléments résiduels d'autre part [TRU94].

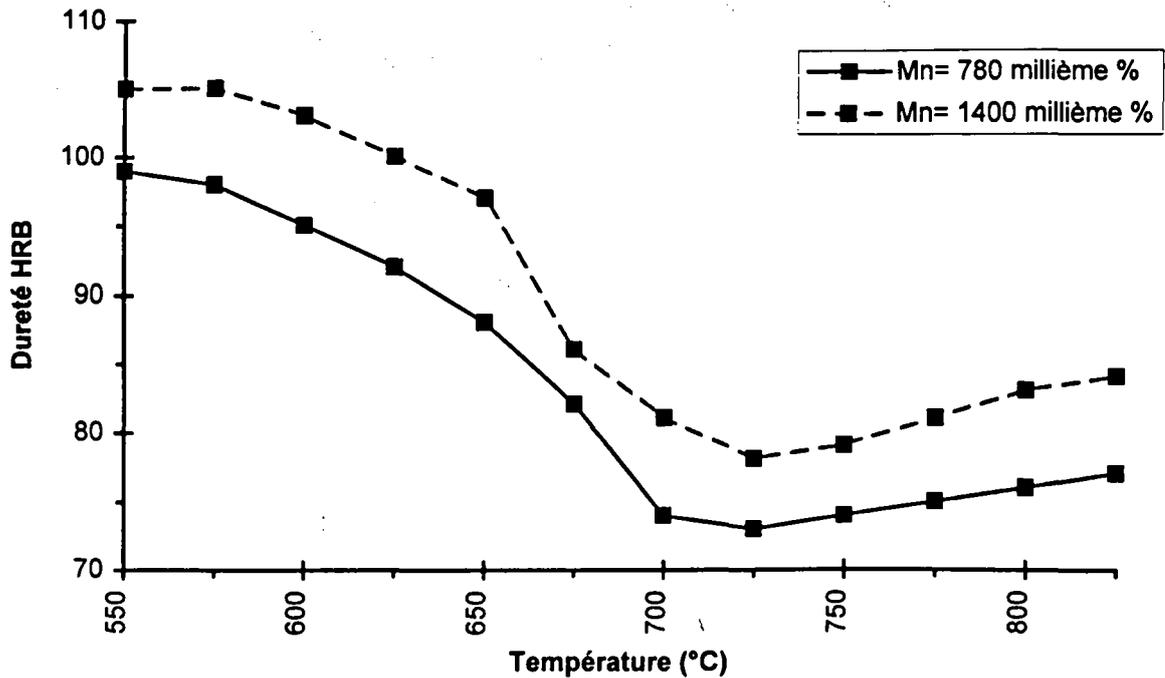


Figure 40 : Courbes de recristallisation en fonction de la teneur en manganèse
 (acier filière fonte = C : 161, Mn : 781, Rés. : 39 en millièmes de %, Réd. : 45%)
 (acier filière fonte = C : 160, Mn : 1397, Rés. : 64 en millièmes de %, Réd. : 48%)

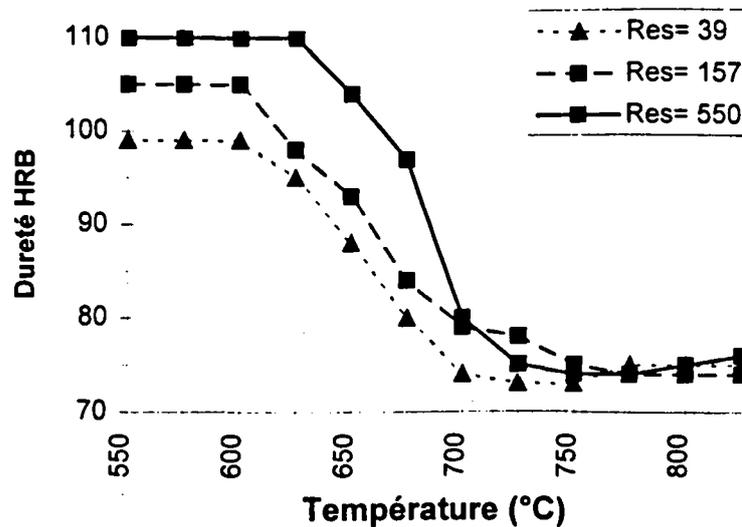


Figure 41 : Courbes de recristallisation en fonction de la teneur en élément résiduels
 (acier filière fonte = C : 161, Mn : 781, Rés. : 39 millièmes de %, Réd. : 45%)
 (acier filière électrique = C : 173, Mn : 760, Rés. : 157 millièmes de %, Réd. : 45%)
 (acier filière électrique = C : 145, Mn : 705, Rés. : 550 millièmes de %, Réd. : 44%)

La *figure 40* montre dans le cas de deux aciers de compositions voisines, en dehors du manganèse, le rôle durcisseur de cet élément à même taux de réduction. En effet, un écart d'environ 5 HRB sépare les courbes de recristallisation pour les teneurs de 0,78 % et 1,40 % de manganèse. Cet effet est obtenu par un affinement des grains de la ferrite en abaissant sa température de formation. Le manganèse n'a, en revanche, pas d'influence sur la température de recristallisation de l'acier.

- Les éléments résiduels :

Les essais de recristallisation ont été réalisés, à même taux de réduction, sur plusieurs échantillons d'aciers dont seules les teneurs en éléments résiduels sont très différentes.

La *figure 41* présente trois courbes de recristallisation obtenues pour des teneurs en éléments résiduels de 0,039%, 0,157% et de 0,55%. La dureté HRB obtenue pour chacun des trois échantillons à 550°C, alors qu'ils présentent le même taux d'érouissage, nous permet de retrouver le phénomène d'augmentation de la limite d'élasticité $R_{p0,2}$ lié aux résiduels. En effet la dureté initiale des échantillons est d'autant plus importante que la teneur en éléments résiduels est forte. La température de début de recristallisation évolue avec la teneur en éléments résiduels. Elle est d'environ 600°C pour 0,039% d'éléments résiduels dans la composition chimique de l'acier, de l'ordre de 610°C pour 0,157% et d'environ 625°C pour 0,55%. On montre donc un retard de la recristallisation, d'autant plus important que le taux d'impuretés est important.

Après recuit, la dureté finale des trois échantillons semble identique. L'effet durcisseur des éléments résiduels semble beaucoup moins important dans l'acier à l'état recuit qu'il ne l'est dans un acier éroui, comme nous avons pu le montrer précédemment.

II. 33 - Conséquence pour MYRIAD

L'approvisionnement en acier filière électrique s'est accompagné de quelques problèmes de recuit. Nous pouvons constater, grâce aux différentes courbes de recristallisation établies, que l'action combinée d'un faible taux de réduction et d'une teneur importante en éléments résiduels oblige à appliquer une température de recuit plus élevée (pour un temps de maintien en température donné). Sur ligne de production ce phénomène s'est traduit, après révision des températures de recuit de plus 20°C en moyenne, par une température de recuit

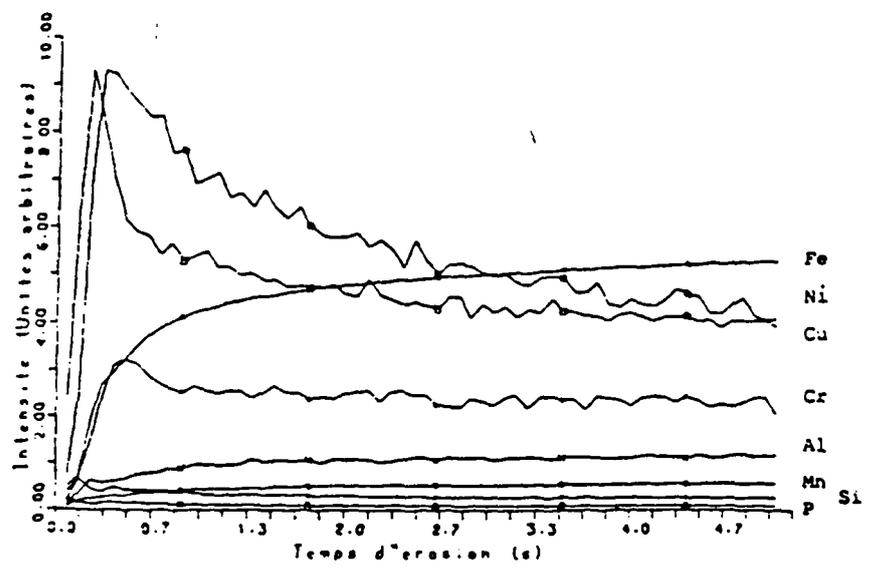


Figure 42 : Courbe S.D.L. de l'acier laminé à froid non recuit [NET86]

proche de la température de transformation α/γ des aciers les plus riches en manganèse, rendant la maîtrise du cycle de recuit très délicate.

Pour rester dans le domaine du recuit de recristallisation sans perte de production, c'est à dire conserver une température de recuit inférieure à la température de transformation α/γ sans augmenter le temps de traitement dans le four, donc sans diminuer la vitesse de défilement de la bande, nous avons été amenés à réduire la fourchette des taux d'écroissage entre 50 et 85% de réduction pour l'acier filière électrique riche en manganèse.

II. 4 - APTITUDE A LA GALVANISATION

II. 41 - La chimie de surface des tôles minces recuites en continu

La chimie de surface des tôles minces joue un rôle important sur certaines de leurs propriétés d'emploi et en particulier sur leur aptitude à la galvanisation. Comme nous venons de le voir, lors du recuit de recristallisation, les nombreux mouvements de joints de grains s'accompagnent de migrations atomiques. P. NETTER et al [NET86] mettent en évidence l'évolution de la chimie de surface d'un acier de coulée continue (composition = C : 0,050%, Mn : 0,191%, Rés. : 0,067%) au cours des différentes transformations et plus particulièrement du décapage et du recuit.

Le décapage peut provoquer, par des réactions électrochimiques, des dépôts uniformes de cuivre et de nickel. L'enrichissement de surface après décapage subsiste après laminage à froid comme on peut le voir sur la courbe obtenue par spectrométrie à décharge lumineuse (S.D.L.) de l'acier écroui de la *figure 42*. Les profils plats des éléments chrome, aluminium, manganèse, silicium et phosphore, montrent une présence régulière de ces éléments dans le métal écroui. Par contre, les profils du cuivre et du nickel présentent une forte décroissance de la surface vers le cœur du matériau, significative d'un enrichissement superficiel de l'acier après décapage et laminage à froid.

Les paramètres du recuit (durée, température, atmosphère) influencent la localisation et la nature des phases formées en surface ainsi que les quantités enrichies en surface, globalement et aux joints de grains [NET86] [LAN91]. P. NETTER et al mesurent ainsi par

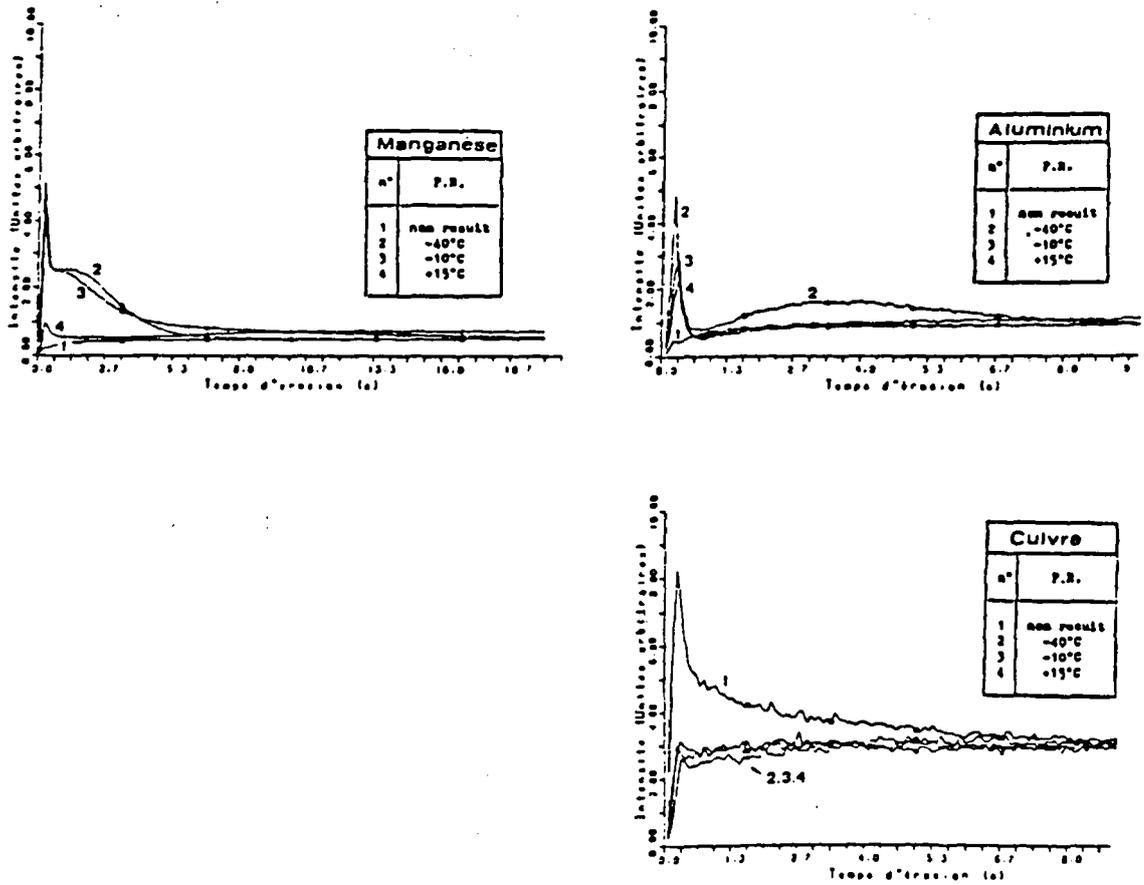


Figure 43 : Courbe S.D.L. de l'acier recuit (700°C/ 4h) [NET86]

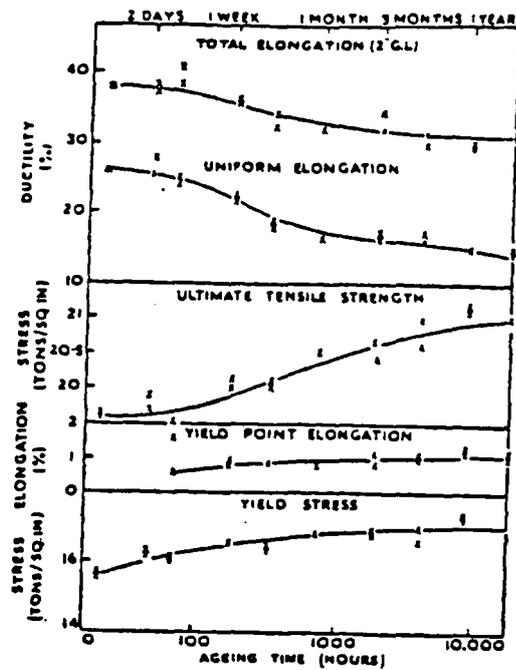


Figure 44 : Effet du vieillissement sur les propriétés de l'acier écroui à 6,2% [HUN56]

analyses S.D.L. un enrichissement en surface des éléments plus oxydables que le fer à savoir, manganèse, chrome, aluminium, et silicium lors du recuit. La *figure 43* présente les courbes S.D.L. du manganèse et de l'aluminium dans l'acier écroui puis recuit suivant différentes conditions. Dans les deux cas, le recuit fait apparaître un pic de présence de chacun de ces éléments à la surface de l'acier. Dans le même temps, le cuivre diffuse vers le coeur du métal comme le montre l'analyse S.D.L. On observe le même comportement pour le nickel.

Ce mouvement des atomes de cuivre vers l'intérieur de l'acier est très important pour la galvanisation. En effet, A. KOMATSU et al [KOM97] ont mis en évidence des problèmes de galvanisation sur des bobines laminées à chaud et décapées contenant 0,38% de cuivre massique. Le cuivre, présent en surface, joue sur la mouillabilité de l'acier par le zinc et entraîne un développement rapide de la phase δ - FeZn. La présence de cet intermétallique peut entraîner une perte d'adhérence du revêtement de zinc au cours des mises en forme ultérieures de la tôle.

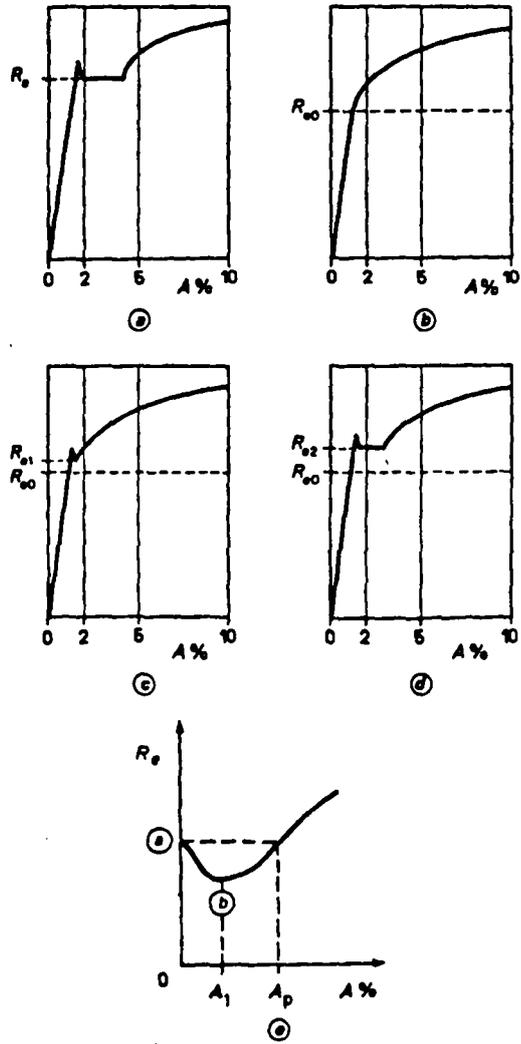
II. 42 - Conséquence pour la galvanisation

Dans le cas de MYRIAD, aucun problème d'adhérence du revêtement galvanisé lié à la présence de cuivre en surface n'a été détecté.

II. 5 - VIEILLISSEMENT APRES LAQUAGE

II. 51 - Rappel sur le vieillissement de l'acier

Le vieillissement est une évolution dans le temps des propriétés de l'acier à des températures proches de la température ambiante [GRU][GRU70][WIL68]. Il se traduit par des variations dans les propriétés mécaniques de l'acier au cours du temps après un léger écrouissage comme le montrent les courbes de la *figure 44*. L'écrouissage dans notre cas est créé lors du planage sous traction (skin-pass) qui suit la galvanisation et précède le laquage des tôles minces. On estime que le taux d'écrouissage est de l'ordre de 2%. On observe alors parfois, pour les tôles laquées et comparativement aux tôles uniquement galvanisées, un



- a - tôle recuite
- b - après déformation par skin - pass
- c - après un temps de vieillissement t_1
- d - après un temps de vieillissement $t_2 > t_1$
- e - évolution normale

Figure 45 : Vieillissement observé par l'essai de traction.

Réapparition du palier après skin - pass [GRU]

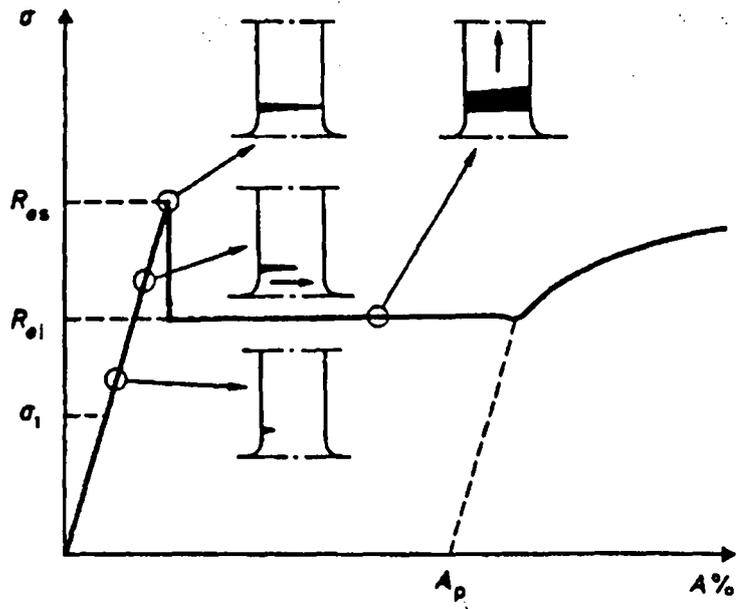
durcissement du matériau et l'apparition de vermicules lors des transformations ultérieures par profilage.

- La mise en évidence du vieillissement par l'essai de traction :

Le vieillissement de l'acier se caractérise très simplement en réalisant des essais de traction sur différents échantillons d'un même acier à différents stades du procédé industriel de laquage, comme le montre la *figure 45*. La bande galvanisée possède des propriétés mécaniques liées à l'érouissage initial lors du laminage à froid ainsi qu'au recuit. La forme de la courbe de traction est alors de type (a). La bande subit ensuite un érouissage dans la section de planage qui peut être décomposée en une déformation en traction couplée à une déformation en compression entre les cylindres du skin-pass. La courbe de traction obtenue est alors de type (b). On observe en fait l'augmentation de la limite d'élasticité R_e , l'augmentation de la résistance à la traction R_{max} , l'effacement du palier à la limite d'élasticité et une légère diminution de l'allongement à la rupture. Puis la bande est laquée et subit un cycle thermique afin de réaliser la réticulation de la peinture. La courbe de traction devient alors de type (d). On observe une augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction qui dépend des conditions de réglage du planage sous traction. On retrouve le palier à la limite d'élasticité dont la longueur est équivalente à la longueur mesurée avant érouissage et est indépendante des réglages de l'outil. On vérifie également par différents essais en ligne consistant à modifier les réglages du planage sous traction, que l'érouissage obtenu par la déformation en compression induit un durcissement par vieillissement plus important que l'érouissage réalisé par traction.

- Le phénomène d'ancrage des dislocations :

Dans le réseau cristallin du fer, il existe des interactions entre les dislocations et les atomes étrangers se traduisant par des forces tendant à déplacer ces atomes pour minimiser l'énergie élastique locale. Si les atomes étrangers sont suffisamment mobiles, ils peuvent sous l'action de ces forces d'interaction migrer vers les dislocations et former un « nuage » ou « atmosphère de Cottrell ». Les dislocations sont alors immobilisées ou ancrées par les nuages d'impuretés. La contrainte nécessaire pour désancrer ou créer les dislocations est assez élevée [TAR56][ROB61]. Lors de l'essai de traction, cette charge supérieure nécessaire pour désancrer les dislocations correspond à la limite d'élasticité supérieure R_{eH} .



A_p allongement à la fin du palier
 Re_L limite d'élasticité inférieure
 Re_H limite d'élasticité supérieure

Figure 46 : Schéma de la propagation des bandes de Piobert - Lüders dans un acier doux [GRU]

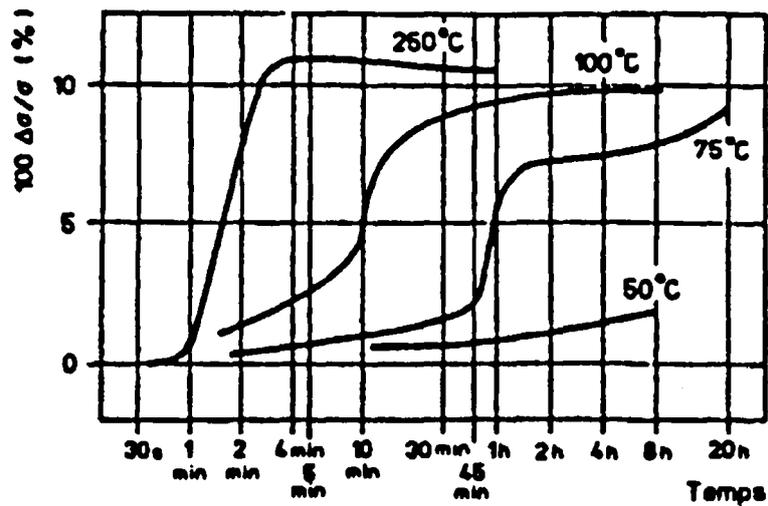


Figure 47 : Variation de $\Delta\sigma/\sigma$ avec le temps et la température de vieillissement (acier A 52 écroui de 10%) [GRU]

Après ce stade de germination, la déformation se prolonge tout le long de l'éprouvette sous l'action d'une charge relativement constante et inférieure et se traduit au niveau de la courbe de traction par le palier à la limite d'élasticité. La déformation reste alors localisée dans une zone étroite de concentration de contraintes, bande de Piobert - Lüders [POM64][DAR97]. La fin du palier marque la fin de la déformation plastique hétérogène suivant le phénomène de Piobert - Lüders (*figure 46*), les bandes se sont déplacées tout le long de la partie utile de l'éprouvette. Ensuite, l'ensemble de l'éprouvette se déforme plastiquement de façon homogène et la courbe de traction prend une forme monotone.

- Les paramètres influençant le vieillissement :

On montre que l'azote joue un rôle prédominant sur le vieillissement et que la plupart des éléments d'addition en solution solide (manganèse, silicium, nickel, cuivre) réduisent la tendance au vieillissement de l'acier. De même les éléments carburigènes et nitrurigènes permettent de réduire le vieillissement en formant des composés stables avec le carbone et l'azote. Dans le cas des aciers calmés à l'aluminium, la précipitation de nitrures d'aluminium lors du refroidissement des produits bruts de laminage à chaud réduit fortement le nombre d'atomes d'azote libre disponibles pour fournir un nuage d'ancrage aux dislocations. On n'observera donc pas de vieillissement dû à l'azote si la teneur en aluminium est suffisamment élevée et si les conditions thermiques lors du laminage à chaud et du bobinage sont telles que la précipitation des nitrures d'aluminium est complète.

Le vieillissement est également lié à la température ainsi qu'au temps comme le montre la *figure 47* [GRU]. B.B. HUNDY [HUN54] a ainsi mis en évidence une équivalence temps - température sur le vieillissement, selon la formule :

$$\log t_r / t = 4400 (1/T_r - 1/T) - \log T / T_r$$

avec t_r : temps de vieillissement à température ambiante T_r (K)

t : temps de vieillissement à la température T (K)

Cette équivalence temps - température se traduit par une réapparition du palier à la limite d'élasticité après écrouissage d'autant plus rapide que la température est importante et l'écrouissage faible.

La longueur du palier fonction des propriétés mécaniques du matériau a été mise en équation par JAOUL et SHUTO [JAO65] sous les formes suivantes :

$$U = \alpha - \beta / Re \quad \text{JAOUL}$$

$$U = n (Re / Rmax)^{1/n} + n/2 (Re / Rmax)^{2/n} \quad \text{SHUTO}$$

avec U : longueur du palier

α , β : constantes

n : coefficient d'écrouissage.

La longueur du palier sera d'autant plus importante que la limite d'élasticité sera élevée.

Enfin, les paramètres de réglage du planage sous traction influence également fortement le vieillissement. En effet, le palier réapparaît plus rapidement après déformation par traction qu'après déformation par laminage. Cette différence est attribuée à l'hétérogénéité de l'écrouissage et aux contraintes résiduelles.

Par contre, si le mode de déformation lors du planage sous traction est important, il n'a pas été mis en évidence d'influence du diamètre des cylindres, de leur rugosité ou de la vitesse de déformation [AMI80].

II. 52 - Conséquence sur le produit final

Replaçons-nous dans le contexte industriel de la ligne de galvanisation et laquage en continu, suivant la description que nous en avons faite au chapitre I de la 1^{ère} partie.

Ils existe deux conséquences importantes au phénomène de vieillissement en ligne :

- * le « bake hardening », il s'agit de profiter du vieillissement après écrouissage pour augmenter les caractéristiques mécaniques de l'acier ;
- * les vermiculures, défauts de surface que l'on rencontre au cours de la mise en forme des tôles d'acier doux, qui sont la conséquence d'une déformation hétérogène du matériau en début du domaine de déformation plastique du fait de la réapparition d'un long palier.

Pour ce phénomène de vieillissement, nous n'avons pas observé sur la ligne de différence particulière entre l'acier filière électrique et l'acier filière fonte. Aucune modification des

conditions de planage n'a donc été introduite pour le passage de l'acier filière électrique sur la ligne de production.

Nous reviendrons toutefois plus en détail sur les propriétés mécaniques après vieillissement des tôles minces galvanisées et laquées dans le chapitre III de la 2^{ème} partie.

II. 6 - PROPRIETES MECANIQUES FINALES DE L'ACIER DE LA FILIERE ELECTRIQUE

Nous avons vu, à l'occasion du chapitre II. 3 de la 1^{ère} partie, l'importance des caractéristiques mécaniques et plus particulièrement de l'aptitude au formage des tôles minces revêtues pour les différentes utilisations dans le bâtiment, l'électroménager ou l'automobile. Les éléments résiduels, présents dans la composition de l'acier dès l'élaboration, interfèrent à toutes les étapes de la fabrication en agissant sur les paramètres de transformation de l'austénite lors du refroidissement, de l'écroutissage, de la recristallisation. Il semble donc logique de penser que les éléments résiduels vont influencer les propriétés mécaniques des tôles minces galvanisées et laquées en continu.

Après avoir rassemblé sous forme de synthèse bibliographique l'influence des éléments résiduels sur les propriétés mécaniques de l'acier, nous verrons comment réduire ces effets en jouant sur la température de bobinage de l'acier filière électrique en sortie du laminage à chaud.

II. 61 - Influence des éléments résiduels sur les propriétés mécaniques de l'acier : synthèse bibliographique

Les éléments résiduels jouent sur le durcissement (par affinement des grains, par précipitation ou par solution solide), la ductilité, la formabilité et même l'usinabilité [YAG89][MOU75][DUN87].

H. WADA et al démontrent qu'en deçà d'une teneur de 0,7% de cuivre, le durcissement est réalisé par solution solide. Au delà, il y a précipitation de particules riches en cuivre lors de la transformation de l'austénite [WAD83]. Cette limite est fixée à 0,5% par Y. TOMITA et al [TOM94] et à 1% par D.P. DUNNE et al [DUN96].

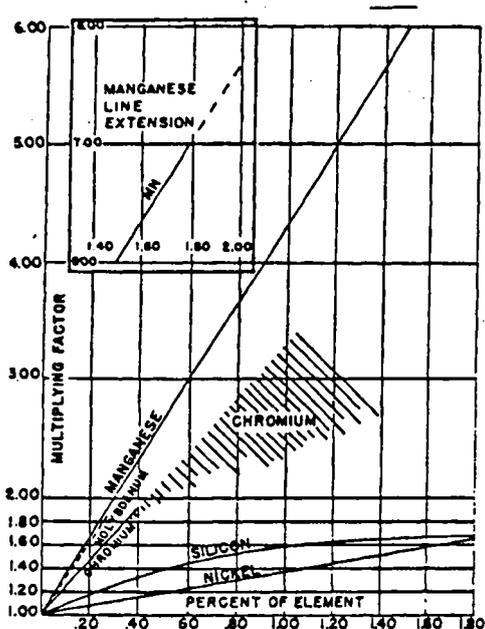


Figure 48 : Facteurs multiplicatifs de la dureté de l'acier de base pour différents éléments d'addition [GRO42]

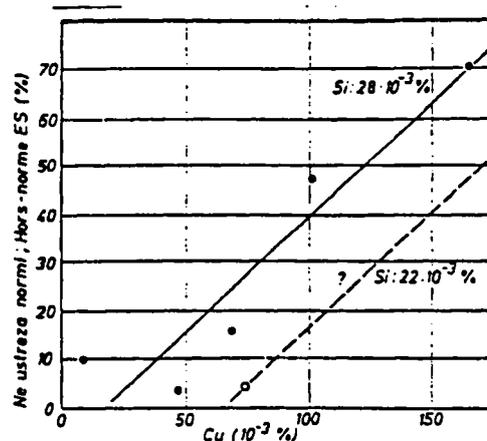


Figure 49 : Pourcentage de bobines dont les propriétés mécaniques sont hors norme en fonction des teneurs combinées en cuivre et silicium [AUB81]

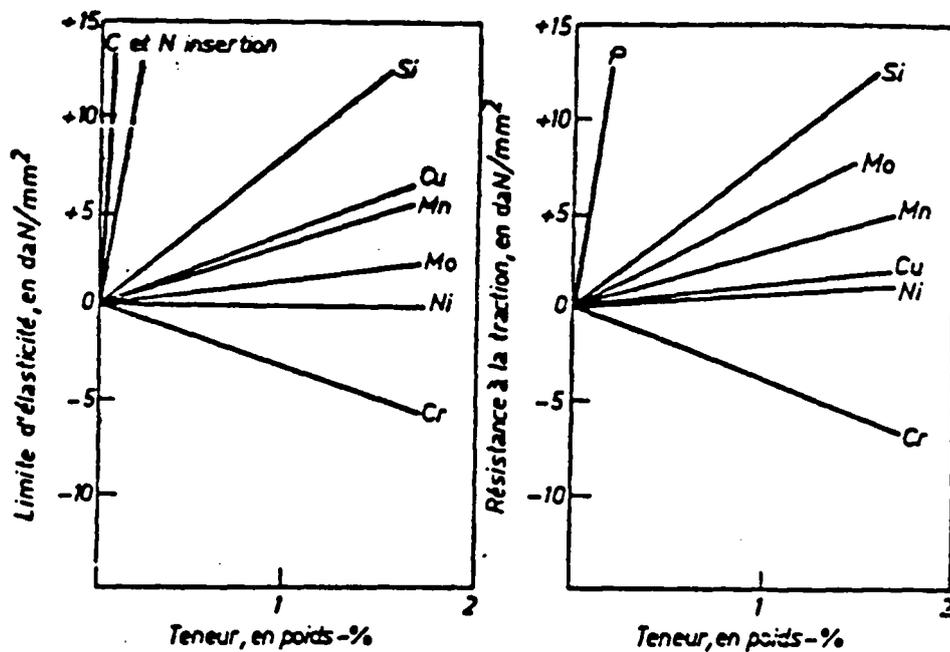


Figure 50 : Influence des éléments en solution solide sur les propriétés de la ferrite [PIC63]

L'effet de chaque élément, entrant dans la composition chimique de l'acier, sur les propriétés de l'acier est plus ou moins marqué. M.A. GROSSMANN et al proposent une méthode de prédiction de la dureté de l'acier [GRO42]. Ils multiplient la dureté de base d'un acier contenant uniquement du carbone par un facteur multiplicatif dépendant de chaque élément entrant dans la composition chimique. On voit ainsi sur la *figure 48* les facteurs multiplicatifs attribués au manganèse, molybdène, chrome, silicium et nickel, indiquant l'ampleur de leur effet sur la dureté du métal. Le manganèse a l'effet durcisseur le plus intense, suivi du molybdène et du chrome. Le silicium et le nickel sont les éléments dont l'effet durcisseur est le moins marqué.

Ph. AUBRUN confirme cette analyse sur l'effet négligeable du nickel et indique de plus que les éléments résiduels les plus influents sur les propriétés mécaniques de l'acier sont le cuivre, dont l'effet sera d'autant plus important que la teneur en silicium sera élevée (*figure 49*), ainsi que l'étain [AUB81].

H. WADA et al [WAD83] quantifient également l'influence comparée de différents éléments sur la dureté et proposent l'équation suivante :

$$\text{dureté} = 81 + 206,2 (\% \text{ C}) + 18,9 (\% \text{ Cu}) + 16,3 (\% \text{ Mn}) + 14,7 (\% \text{ Ni})$$

La *figure 50* d'après F.B. PICKERING et T. GLADMAN, illustre également l'influence des éléments en solution solide sur les propriétés de la ferrite [PIC63]. Ces auteurs confirment que chaque élément n'a pas le même effet sur la limite d'élasticité et la résistance à la traction. Le nickel a l'influence la plus négligeable. Le silicium et le manganèse ont l'effet durcisseur le plus flagrant, pour les autres éléments, à savoir le cuivre et le molybdène, l'effet sera plus ou moins important suivant que l'on s'intéresse à la limite d'élasticité ou à la résistance à la traction.

T. YAMADA et al [YAM95] définissent des courbes d'évolution des propriétés mécaniques d'acier extra-doux au titane, suivant la température de réchauffage des brames, en fonction de la teneur en cuivre, nickel, chrome et étain. Ces courbes sont reprises par la *figure 51*. Pour ces éléments, on observe l'augmentation de la résistance à la traction, la diminution de l'allongement à la rupture, du coefficient d'anisotropie et de la taille des grains de la ferrite. Plus précisément, l'augmentation de la résistance à la traction est de 9, 6, 5 et 45 MPa et la diminution de l'allongement à la rupture est de 2.2, 0.7, 0.8 et 9.8% pour respectivement une

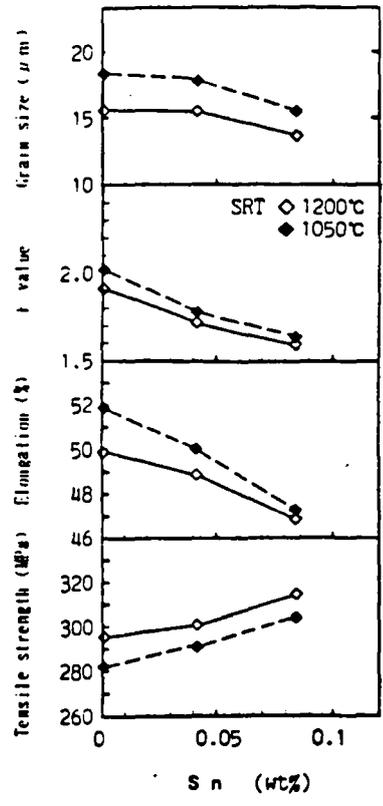
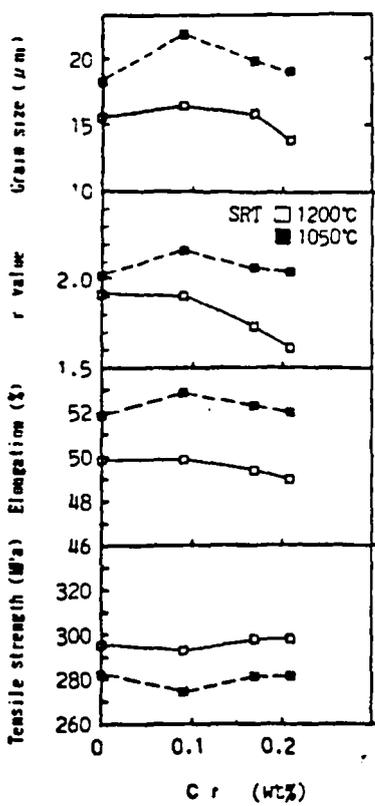
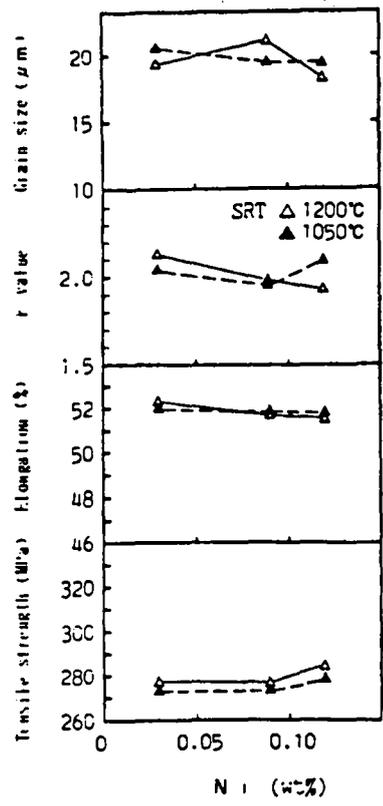
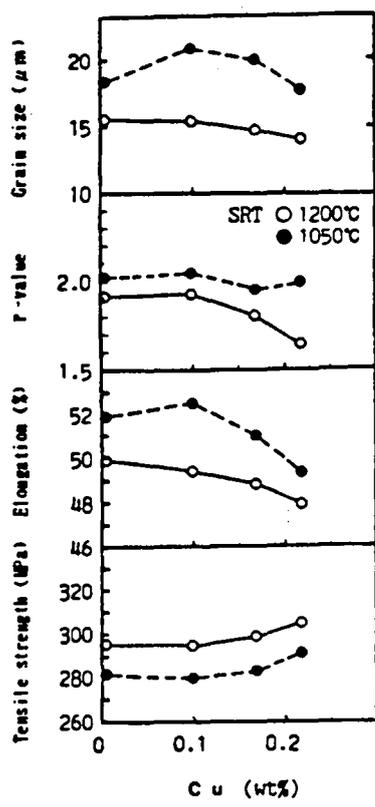


Figure 51 : Effet du cuivre, nickel, chrome et étain sur les propriétés mécaniques et la taille de grain d'un acier extra-doux calmé au titane [YAM95]

augmentation de 0,1% massique de cuivre, nickel, chrome et étain. Les effets sont surtout significatifs au delà d'une teneur de 0,1% massique de ces éléments. Pour cet auteur, l'importance de l'évolution des propriétés de l'acier est proportionnelle à la différence entre le rayon atomique de l'élément considéré et le rayon atomique du fer.

Dans tous les cas, D.T. LLEWELLYN et al montrent que l'effet des éléments résiduels est d'autant plus marqué que l'acier est faiblement allié [LLE80].

Enfin, E.T. STEPHENSON [STE83] propose un tableau récapitulatif sur les résultats donnant l'influence des éléments résiduels sur la résistance à la traction, la dureté, la formabilité, la résistance à la corrosion et la soudabilité, établi à partir de 111 publications réalisées entre les années 1940 et 1980.

PROPRIETES	ELEMENT				
	Cu	Ni	Cr	Mo	Sn
Résistance à la traction	+	+	+, -	+	+
Ductilité	-	+, -	+, -	-	-
Coefficient d'érouissage n	-	-	0, -	-	-
Coefficient d'anisotropie r	+, -	0	0, -		0
Résistance à l'impact	+	+	0	-	0, -
Dureté	+	+	+	+	+, 0
Soudabilité	-	-	-	-	
Résistance à la corrosion	+	+	+	+	+
Fragilité					+

Tableau 52 : Effet des éléments résiduels sur différentes propriétés de l'acier [STE83]

Cette synthèse de différents résultats bibliographiques montre ainsi que si l'effet durcisseur des éléments résiduels est parfaitement reconnu, il est impossible de quantifier l'impact réel que chacun de ces éléments aura sur les propriétés mécaniques de l'acier. Chaque cas se révèle être un cas particulier en raison de l'importance de la composition chimique de base de l'acier, de certaines conditions de transformation (température de chauffage ou vitesse de refroidissement par exemple) et de l'interaction de ces différents éléments les uns avec les autres.

II. 62 - Adoucissement de l'acier filière électrique par le bobinage haute température

Comme nous venons de le décrire, nous ne pouvons présager des conséquences précises générées par le remplacement de l'acier filière fonte par l'acier filière électrique sur les transformations de type profilage ou emboutissage. Pour cela, il est indispensable de réaliser une étude plus complète qui sera présentée dans le prochain chapitre (chap. III - 2^{ème} partie). Toutefois, nous pouvons d'ores et déjà prévoir un durcissement notable de l'acier filière électrique par rapport à l'acier filière fonte qui devrait se traduire par une aptitude à la déformation moindre lors des étapes de transformations ultérieures après galvanisation et laquage.

Nous avons vu que les paramètres de laminage à chaud (température de réchauffage des brames, température de fin de laminage, température de bobinage) avaient également une influence importante sur les propriétés mécaniques finales de l'acier après recuit. Nous allons évaluer dans ce paragraphe les possibilités d'adoucissement de l'acier filière électrique en optimisant sur la température de bobinage en fin de laminage à chaud.

Nous avons programmé des essais industriels en collaboration avec notre fournisseur afin de faire varier la température de bobinage lors du laminage à chaud de bobines d'acier doux filière électrique. Les propriétés mécaniques des différents échantillons prélevés en sortie de ligne de galvanisation et laquage sont mesurées par essai de traction. 600°C est la température typique de bobinage compatible avec une bonne productivité de notre décapage industriel. Les autres températures de bobinage, 680°C, 700°C et 720°C ont été choisies en raison de l'aptitude de l'aluminium à fixer l'azote sous forme de nitrures aux environs de 700°C.

Le *tableau 53* présente les résultats mécaniques moyens (sur 3 essais) obtenus pour différentes bobines en acier filière électrique dont la composition chimique moyenne est :

C = 0,049% Mn = 0,314% Al = 0,045% N = 0,0082 % Cu = 0,114% Ni = 0,061% Cr = 0,044%

	% Réduction	T°bobinage	Re (MPa)	Rmax (MPa)	Ap (mm)	A%
peint	72	600°C	400	422	10	28
peint	72	680°C	387	414	11	28
peint	72	700°C	370	405	7	28
galva	68	600°C	359	409	6	29
galva	68	720°C	308	369	6	35
galva	60	600°C	344	404	4	30
galva	60	720°C	299	374	3	31

Tableau 53 : Synthèse des résultats mécaniques moyens d'aciers filière électrique en fonction de la température de bobinage à chaud

On confirme ainsi que, pour un taux de réduction donné, l'augmentation de la température de bobinage permet d'adoucir l'acier filière électrique en diminuant la limite d'élasticité, la résistance à la traction sans nuire à l'allongement à la rupture. Les observations réalisées lors du profilage montrent que le nombre de défauts (plis, vermiculures) diminue lorsque la température de bobinage augmente.

Une seconde série d'essai a été réalisée afin de confirmer les résultats précédents. Nous avons de plus, comparé les résultats obtenus après laquage pour différentes bobines d'acier filière électrique bobiné à chaud (680 ou 700°C) avec une bobine d'acier filière fonte et une bobine d'acier au bore bobinées à 600°C et ceci en fonction du sens de prélèvement des éprouvettes (1 : sens long ; 2 : sens travers ; 3 : sens diagonal par rapport au sens de laminage) pour un même taux d'écroutissage lors du laminage à froid. Le détail des paramètres relatifs à ces bobines est donné dans le *tableau 54* pour les compositions chimiques suivantes :

- acier électrique :

C = 0,047% Mn = 0,295% Al = 0,054% N = 0,0068% Cu = 0,104% Ni = 0,068% Cr = 0,063%

- acier filière fonte :

C = 0,062% Mn = 0,300% Al = 0,049% N = 0,005% Cu = 0,020% Ni = 0,015% Cr = 0,015%

- acier au bore :

C = 0,028% Mn = 0,191% Al = 0,033% N = 0,004% Cu = 0,020% Ni = 0,035% Cr = 0,020%
B = 0,0034%

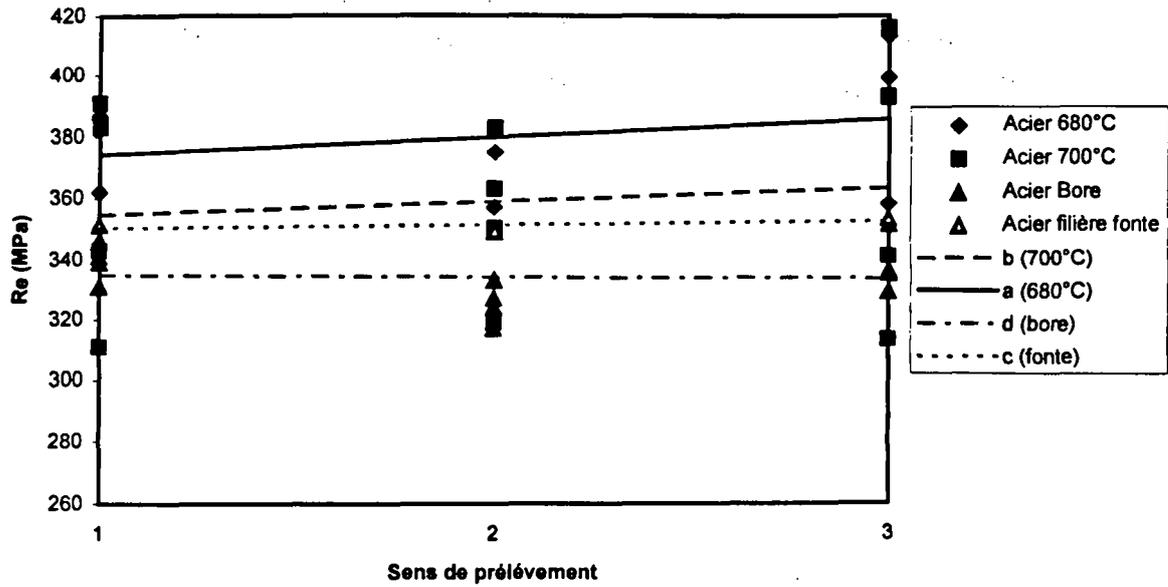


Figure 55 : Evolution de la limite d'élasticité R_e en fonction de la température de bobinage à chaud

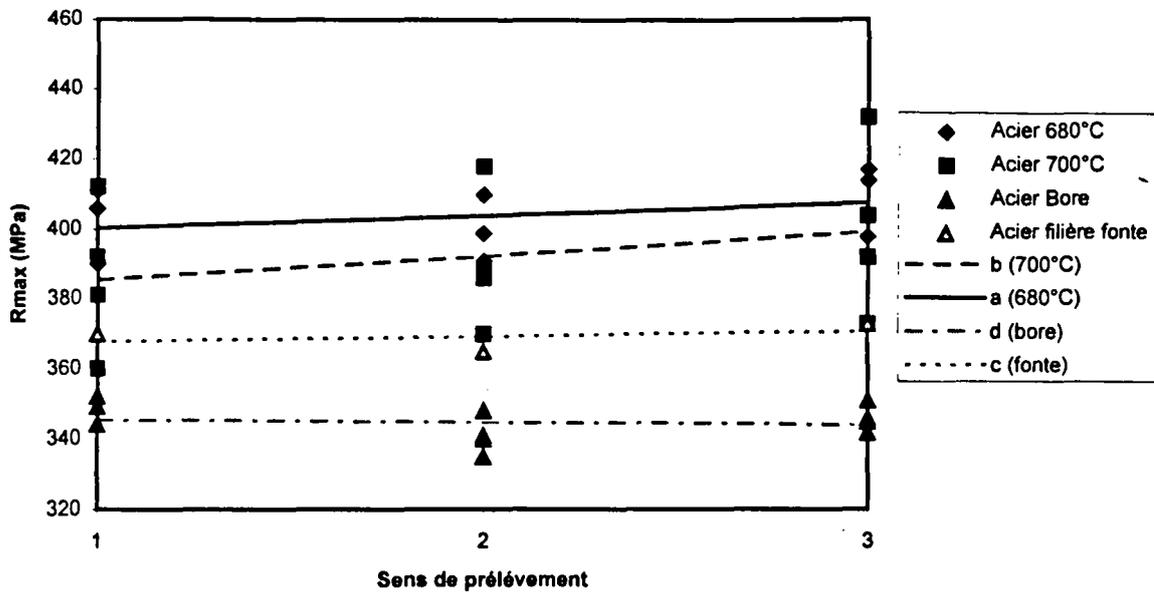


Figure 56 : Evolution de la résistance à la traction R_{max} en fonction de la température de bobinage à chaud

Bobine	T°bobinage	Acier	% Reduction	Repère figure
1	680°C	électrique	72%	a
2	680°C	électrique	72%	
3	700°C	électrique	72%	b
4	700°C	électrique	72%	
5	600°C	fonte	72%	c
6	600°C	bore	75%	d

Tableau 54 : Descriptif des bobines utilisées pour mettre en évidence l'influence de la température de bobinage sur les caractéristiques mécaniques après recuit

Les figures 55 à 59 présentent, en fonction du sens de prélèvement des éprouvettes, l'évolution de la limite d'élasticité R_e , de la résistance à la traction R_{max} , de la longueur du palier à la limite d'élasticité A_p , de l'allongement à la rupture $A\%$, et du coefficient d'anisotropie r . En plus des points expérimentaux, nous avons représenté ces évolutions, pour des raisons de clarté, par des droites de tendance repérées de (a) à (d).

Les figures 55 et 56 montrent que la limite d'élasticité ainsi que la résistance à la traction suivent des évolutions similaires. L'acier le plus doux, c'est à dire celui pour lequel R_e et R_{max} sont les plus faibles et ce, quel que soit le sens de prélèvement, est l'acier au bore avec R_e moyen de 330 MPa et R_{max} moyen de 340 MPa. L'acier filière électrique bobiné à 680°C présente les caractéristiques mécaniques les plus élevées avec R_e moyen de 380 MPa et R_{max} moyen de 400 MPa. Quand on augmente la température de bobinage à 700°C, la limite d'élasticité et la résistance à la traction diminuent à 360 MPa pour R_e et 390 MPa pour R_{max} et se rapprochent ainsi des valeurs respectives 350 MPa et 370 MPa obtenues pour l'acier filière fonte bobiné de façon classique à 600°C.

La figure 57 présente l'évolution de la longueur du palier à la limite d'élasticité en fonction de la température de bobinage et du type d'acier. La longueur du palier est significative du vieillissement qu'a subi le métal après planage et laquage. L'acier au bore, réputé pour présenter moins de défauts de type vermiculure après profilage, a un palier légèrement plus faible que l'acier filière fonte pour les mêmes conditions de bobinage. En augmentant la température de bobinage de l'acier filière électrique à 680 et 700°C, on réduit de façon

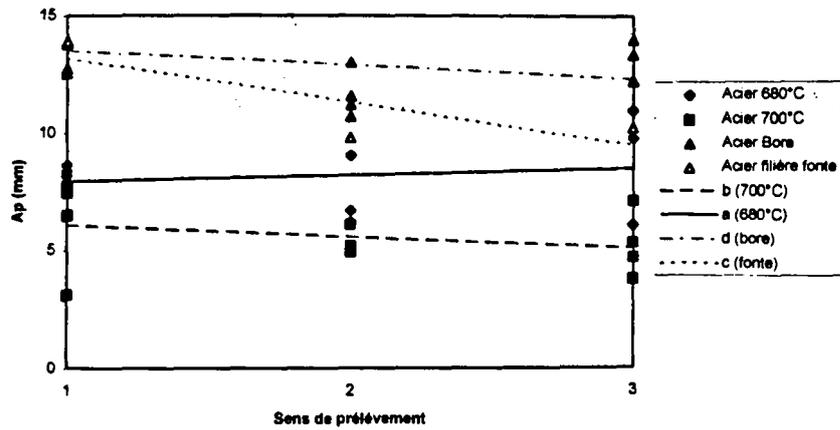


Figure 57 : Evolution de la longueur du palier A_p en fonction de la température de bobinage à chaud

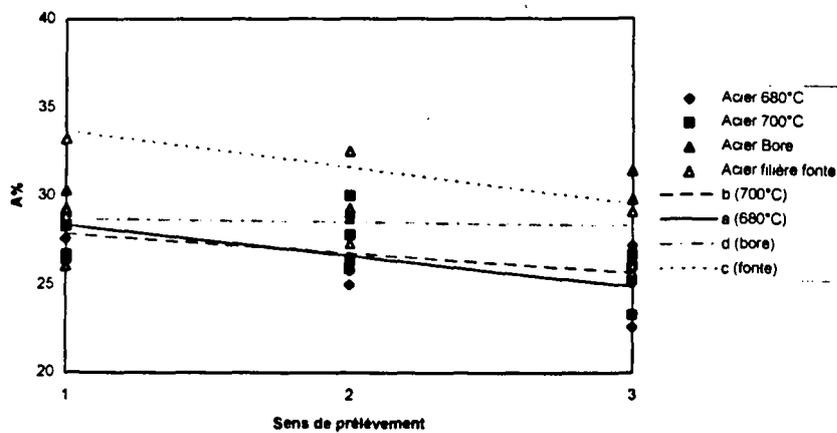


Figure 58 : Evolution de l'allongement à la rupture $A\%$ en fonction de la température de bobinage à chaud

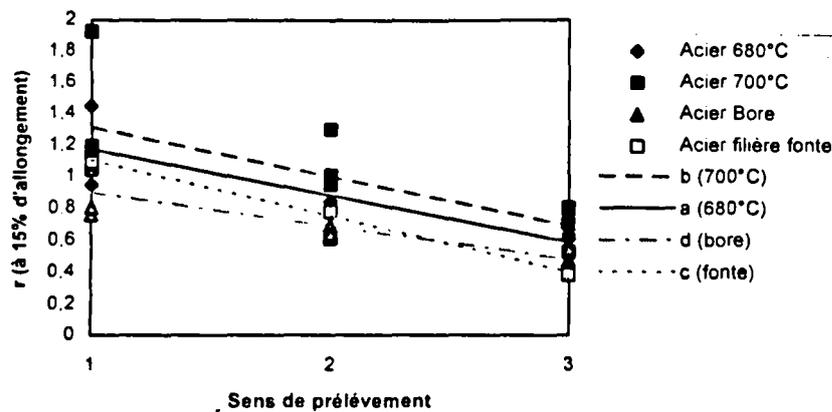


Figure 59 : Evolution du coefficient d'anisotropie (mesuré à 15% d'allongement) en fonction de la température de bobinage à chaud

significative la longueur du palier et par la même occasion l'apparition des vermiculures lors du profilage.

Concernant l'allongement à la rupture, la *figure 58* montre que la température de bobinage n'a pas d'influence significative sur ce paramètre.

Quant au coefficient d'anisotropie moyen r mesuré pour 15% d'allongement (*figure 59*), il augmente avec la température de bobinage, amenant à supposer que l'acier filière électrique bobiné à 700°C aura un comportement meilleur que l'acier filière fonte bobiné à 600°C lors d'une déformation en rétreint.

Ces résultats mécaniques confirment les observations réalisées sur la ligne de production par les opérateurs lors du profilage de l'acier filière électrique bobiné à 680, 700 et 720°C qui montrent une bonne amélioration de l'aptitude à la déformation du métal. Industriellement, il est donc très intéressant d'optimiser les conditions de laminage à chaud et en particulier la température de bobinage afin d'adoucir les propriétés mécaniques de l'acier filière électrique et de compenser totalement ou partiellement (ceci étant fonction de la composition chimique de l'acier et de la maîtrise des cycles thermiques de laminage à chaud) l'effet durcissant des éléments résiduels.

II. 63 - Conséquence pour le process de MYRIAD

Cette étude est toujours en cours actuellement car jouer sur les conditions de bobinage lors du laminage à chaud entraîne non seulement une modification des propriétés mécaniques comme nous venons de le voir mais également de la couche de calamine. Ces différents essais ont mis en évidence une perte de productivité du décapage, lors du passage de ces bobines, liée à la nécessité de réduire fortement la vitesse de la ligne afin de parvenir à un bon décapage de la surface. Si cette technique pour adoucir les caractéristiques mécaniques de l'acier filière électrique est intéressante sur le papier, elle n'a pas obligatoirement de justification industrielle actuellement. Toutefois, elle est une des voies d'amélioration future pour ce type de matériau.

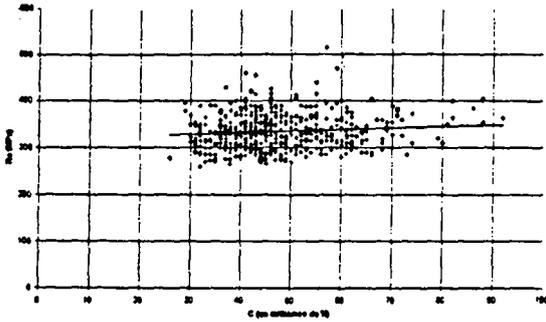


Figure 60 : Evolution monotone de Re en fonction du carbone

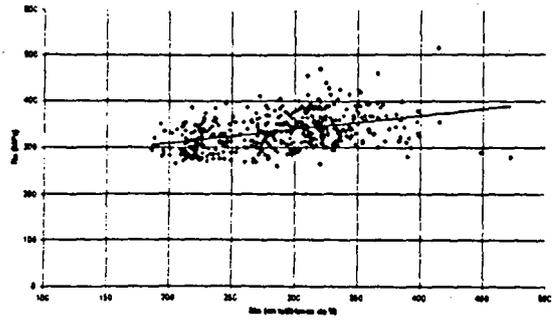


Figure 61 : Evolution de Re en fonction du manganèse

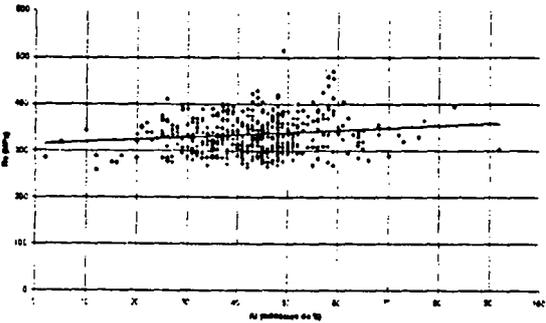


Figure 62 : Evolution de Re en fonction de l'aluminium

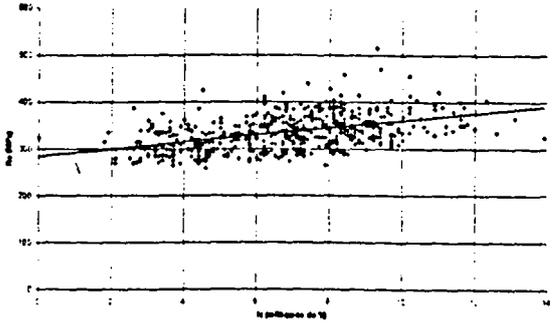


Figure 63 : Evolution de Re en fonction de l'azote

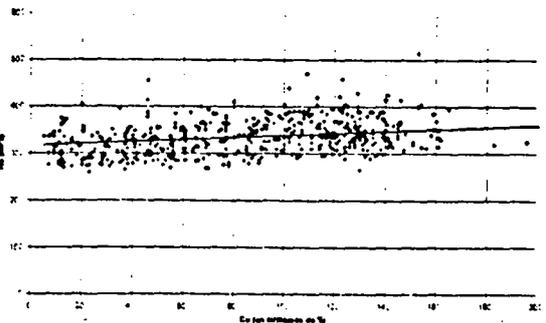


Figure 64 : Evolution de Re en fonction du cuivre

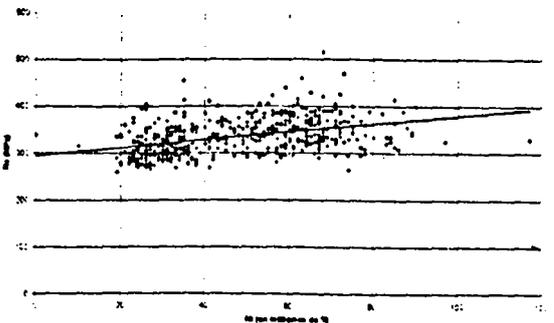


Figure 65 : Evolution de Re en fonction du nickel

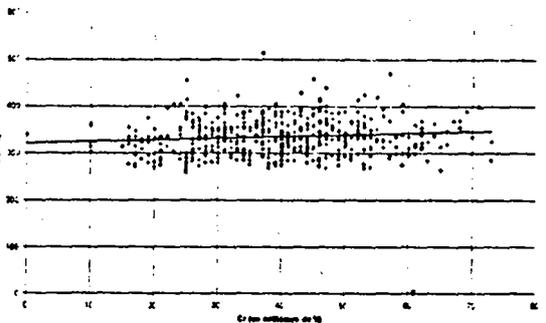


Figure 66 : Evolution de Re en fonction du chrome

III - ETUDE STATISTIQUE DES CARACTERISTIQUES MECANIQUES DE TOLES GALVANISEES ET LAQUEES. COMPARAISON ENTRE FILIERE FONTE ET FILIERE ELECTRIQUE

Après avoir mis en évidence les implications de l'acier filière électrique à chaque grande étape du procédé industriel conduisant à la galvanisation et au laquage en continu de tôles minces, nous allons nous attacher à comparer plus précisément par une analyse statistique les caractéristiques mécaniques mesurées par l'essai de traction sur le produit final en fonction de la filière d'élaboration de l'acier.

Les méthodes statistiques s'appliquent à des séries de données obtenues par l'observation de caractéristiques sur un ensemble d'individus [BEG92][DEM][POI]. Dans notre cas, les individus ou unités statistiques sont les bobines d'acier doux entrant dans le process de transformation de MYRIAD. L'échantillon considéré, c'est à dire l'ensemble des bobines incluses dans la base de données sur laquelle seront réalisées les traitements statistiques, représente la population de référence, à savoir toutes les bobines d'acier de nuance FeP02 produites sur l'année 1996 par MYRIAD.

Pour l'étude statistique, les différents éléments entrant dans la composition chimique ainsi que le taux d'écrouissage sont considérés comme étant les variables indépendantes alors que les propriétés mécaniques sont considérées comme étant les variables dépendantes. Une synthèse des principes de statistique et la définition de l'ensemble des termes utilisés dans cette étude sont donnés dans l'*annexe B*.

Nous avons tout d'abord représenté chaque caractéristique mécanique en fonction des paramètres taux de réduction et composition chimique. Les *figures 60 à 66* nous montrent l'ensemble des courbes d'évolution de R_e en fonction des éléments chimiques (C, Mn, N, Cu, Ni, Cr) quelque soit le taux de réduction. On remarque que dans tous les cas, par le nuage de points décrivant la relation de R_e avec l'élément, on peut tracer une droite décrivant l'évolution monotone des courbes. Nous avons réalisé la même constatation pour R_{max} , $A\%$ et A_p . Cette première approche quoique simpliste, nous a permis de définir les différentes étapes à suivre lors de l'étude statistique :

- la description de la base de données par l'analyse des distributions de fréquences d'observation et de la variabilité des variables indépendantes qui influenceront sur le résultat de l'analyse statistique et à l'origine de la compacité plus ou moins importante du nuage de points.

- la comparaison des distributions de fréquences d'observation de chaque variable dépendante en fonction du mode d'élaboration de l'acier,

- l'évolution moyenne des variables dépendantes en fonction du taux de réduction,

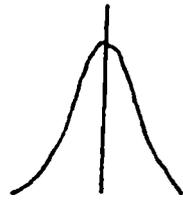
- le calcul et l'analyse de lois de régression linéaire, choix probablement limitatif mais qui traduit l'évolution monotone de chaque variable dépendante en fonction du taux de réduction et de la composition chimique.

III. 1 - CONDITIONS DE L'ETUDE STATISTIQUE

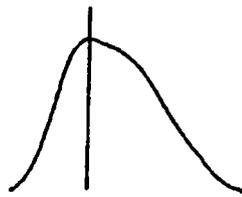
III. 11 - Le protocole de mesure

Les données que nous utiliserons dans les traitements statistiques ultérieurs sont issues, d'une part, pour les caractéristiques mécaniques des contrôles de production réalisés directement sur les lignes par les opérateurs, d'autre part, pour la composition chimique des certificats d'analyse délivrés par les fournisseurs. Les bobines sont contrôlées par essai de traction soit suite à une demande de certification de la part du client, soit selon des règles de prélèvements statistiques définies par une procédure interne. La découpe de la bande dans laquelle sont prélevées les éprouvettes de traction est réalisée en sortie de la ligne industrielle en début ou en fin de bobine selon les cas.

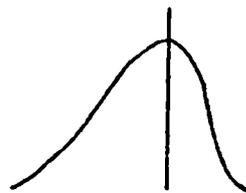
Les essais de traction sont réalisés suivant un mode opératoire unique, sur la même machine Roell Korthaus et pour les conditions d'essai présentées dans le chapitre I. 61 de la 1^{ère} partie. De plus, l'influence du mode de préparation des éprouvettes de traction sur les résultats de l'essai de traction (chapitre II de la 1^{ère} partie), nous permettent de considérer que la variabilité liée au mode de préparation des éprouvettes est minime. Ceci ne devrait donc pas masquer les variations liées à la filière d'élaboration de l'acier que nous souhaitons mettre en évidence par le traitement statistique.



Distribution symétrique



Distribution dissymétrique à droite



Distribution dissymétrique à gauche

Figure 67 : Principales allures schématiques des distributions des fréquences d'observation

III. 12 - Description de la base de données

La base de données informatique rassemble les résultats des essais de traction issus du contrôle du produit fini sur une période de 12 mois. Un classement en fonction du type de revêtement (galvanisé ou laqué), du mode d'élaboration de l'acier et du format des tôles (taux de réduction) a été réalisé.

Pour la nuance d'acier FeP02G, cela représente au total plus de mille bobines galvanisées laquées testées, dont la moitié environ sont issues de la filière électrique.

Une première analyse va nous permettre de décrire globalement l'ensemble statistique sur lequel nous allons travailler, en mettant en évidence l'allure de la distribution de fréquences des observations réalisées pour chaque variable et la variation autour de la valeur moyenne, voire les observations aberrantes (*figure 67*).

III. 12. 1 - Différenciation des individus galvanisés et laqués

- Distributions des fréquences d'observation du taux de réduction :

Toutes les observations sur les tôles galvanisées sont réalisées pour des taux de réduction au laminage à froid compris entre 45 et 85 %. Quelle que soit la filière d'élaboration, la distribution des fréquences d'observation de la variable indépendante "taux de réduction" varie peu jusqu'à 80% comme le montrent les *figures 68 et 69*. On peut considérer que chaque valeur prise par la variable "taux de réduction" apparaît avec une probabilité voisine. Ainsi, les résultats obtenus pour les variables R_e , R_{max} , $A\%$, A_p et HRB entre 45 à 80% de réduction proviennent de nombres d'individus presque identiques et ont donc tous le même poids dans la base. Pour 85 % de réduction en revanche, le nombre beaucoup plus réduit d'individus laisse présager une représentativité moins importante de cette population.

Dans le cas des tôles laquées, les observations sont réalisées pour une fourchette plus réduite du taux de réduction comprise entre 75 et 85 %. La distribution des fréquences d'observation du taux de réduction est gaussienne centrée sur 80%, comme on peut le voir sur les *figures 70 et 71*, ce qui signifie que les mesures des différentes variables seront surtout données pour ce taux de réduction. Cette particularité est simplement liée au marché du prélaqué principalement tourné vers les fines épaisseurs de tôle.

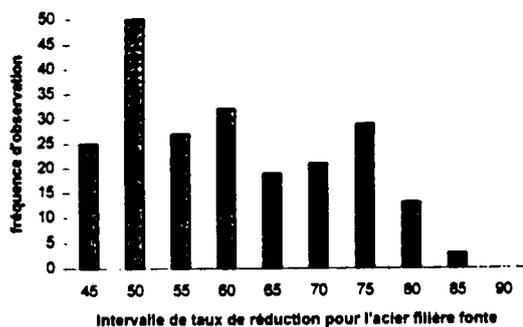


Figure 68 : Distribution des fréquences d'observation du taux de réduction pour l'acier filière fonte galvanisé

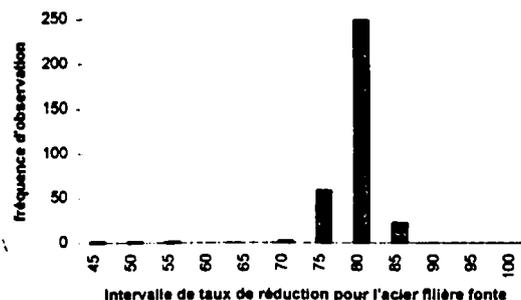


Figure 70 : Distribution des fréquences d'observation du taux de réduction pour l'acier filière fonte laqué

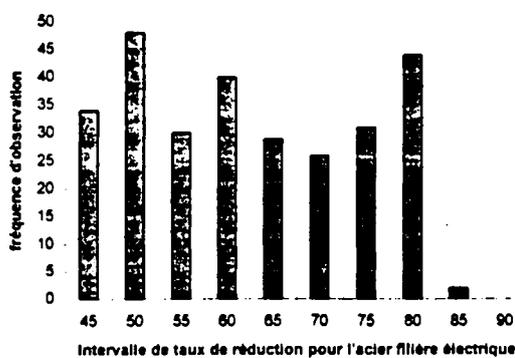


Figure 69 : Distribution des fréquences d'observation du taux de réduction pour l'acier filière électrique galvanisé

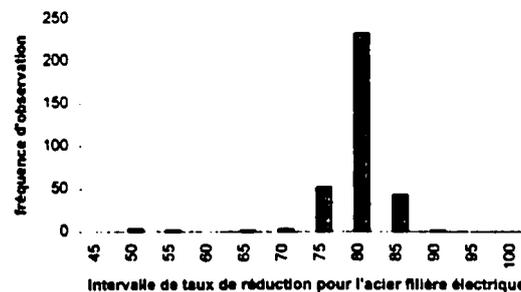


Figure 71 : Distribution des fréquences d'observation pour l'acier filière électrique laqué

L'étude de l'influence du taux de réduction sur les propriétés mécaniques sera donc plus significative pour l'acier galvanisé en raison de la distribution plus large des individus en fonction du taux de réduction.

- Distributions des fréquences d'observation des éléments entrant dans la composition chimique de l'acier :

Nous n'avons pas observé de différence notable dans la distribution ou la variabilité des éléments chimiques pour les individus galvanisés par rapport aux individus laqués, comme on peut le voir sur *les figures 72 et 73* présentant le coefficient de variation pour chaque élément chimique dans le cas respectivement des aciers galvanisés et laqués. On remarque que, dans les deux cas, l'élément dont la variation est la plus importante est le cuivre.

Nous allons ensuite pouvoir, pour de mêmes taux de réduction, comparer les propriétés mécaniques des aciers galvanisés et laqués sous l'effet des éléments afin de mettre en évidence l'influence du vieillissement sur les propriétés mécaniques.

III. 12. 2 - Différenciation des deux filières d'élaboration

- Distributions des fréquences d'observation du taux de réduction :

Reprenons les *figures 68 à 71* et regardons maintenant la différence entre filière électrique et filière fonte pour chaque type de produit revêtu. On remarque peu de différence si ce n'est le nombre inférieur d'individus galvanisés de la filière fonte par rapport au nombre d'individus galvanisés de la filière électrique présentant un taux de réduction de 80%. Ceci n'est qu'un effet des hasards de la programmation de la production.

- Distributions des fréquences d'observation des éléments entrant dans la composition chimique de l'acier :

En plus de mettre en évidence les différences significatives dans la composition chimique de l'acier en fonction du mode d'élaboration, l'analyse de la distribution et de la variabilité de chaque élément chimique nous permet de juger de l'influence réelle d'un élément sur les différentes variables dépendantes. En effet, si on définit par x l'élément chimique et par $V(x)$ la variable dépendante en fonction de l'élément chimique :

si $V(x)$ est constant et x est constant,

alors on ne peut mettre en évidence l'influence de x sur V .

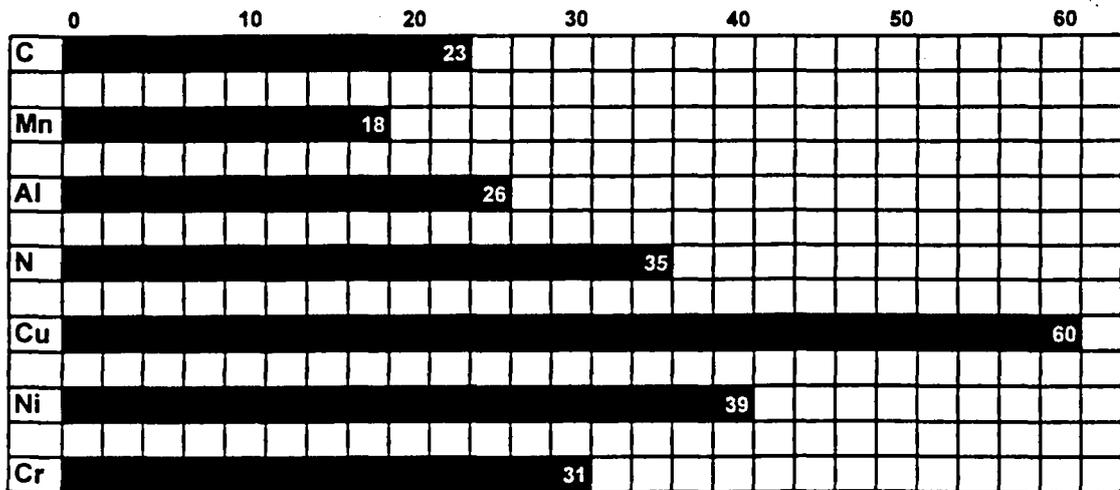


Figure 72 : Coefficient de variation des éléments C, Mn, Al, N, Cu, Ni, Cr dans l'acier galvanisé pour les deux modes d'élaboration

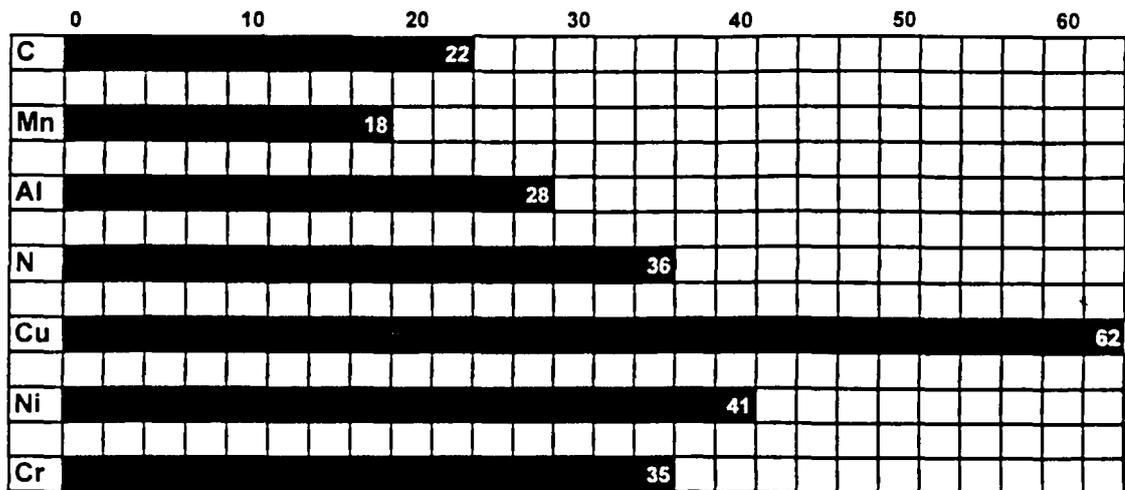


Figure 73 : Coefficient de variation des éléments C, Mn, Al, N, Cu, Ni, Cr dans l'acier laqué pour les deux modes d'élaboration

si $V(x)$ est constant et x est variable.

alors x n'a pas d'influence sur V .

Les figures 74 à 87 comparent la distribution et la variabilité des éléments chimiques entrant dans la composition des aciers provenant des filières fonte et filière électrique pour l'acier galvanisé.

- La distribution et la variation du carbone est gaussienne et centrée sur 50 millièmes de %, et ceci de façon identique pour la filière fonte et la filière électrique.
- L'évolution et les teneurs en manganèse sont différentes en fonction du mode d'élaboration. La filière fonte présente une distribution dissymétrique à droite pour une population maximale à 240 millièmes de %. La filière électrique présente une distribution symétrique centrée sur 320 millièmes de %.
- L'aluminium a une distribution identique suivant les deux modes d'élaboration de l'acier, symétrique et centrée sur 50 millièmes de %.
- L'azote présente dans le cas de la filière fonte une distribution symétrique centrée sur 5 millièmes de %, et dans le cas de la filière électrique une distribution également symétrique mais plus large principalement placée entre 7 et 10 millièmes de %.
- Le cuivre est représenté dans la filière fonte par une distribution large entre 20 et 70 millièmes de %. Pour la filière électrique, la distribution est légèrement dissymétrique à gauche avec un pic principal à 130 millièmes de %.
- Le nickel est présent principalement entre 30 et 40 millièmes de % dans la filière fonte, alors qu'il présente une distribution plus large entre 40 et 90 millièmes de % pour la filière électrique.
- Le chrome a une distribution très large entre 10 et 70 millièmes de % pour la filière fonte et beaucoup plus étroite entre 30 et 70 millièmes de % pour la filière électrique.

Ainsi, les éléments chimiques présentant une répartition nettement différente entre la filière électrique et la filière fonte sont le manganèse, l'azote, le cuivre et le nickel que ce soit pour l'acier galvanisé ou laqué.

Pour l'ensemble des produits galvanisés et laqués, nous obtenons les fourchettes de concentration des principaux éléments données dans le tableau 88.

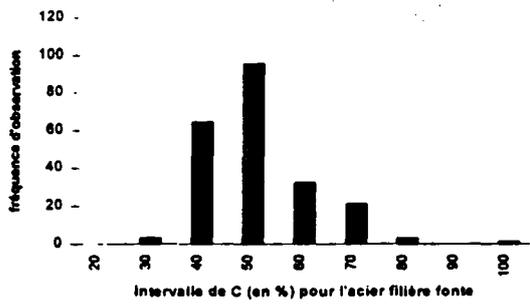


Figure 74 : C filière fonte galvanisé

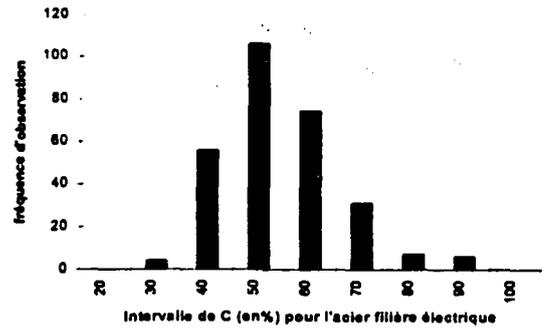


Figure 75 : C filière électrique galvanisé

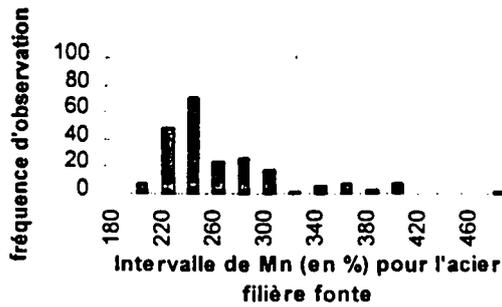


Figure 76 : Mn filière fonte galvanisé

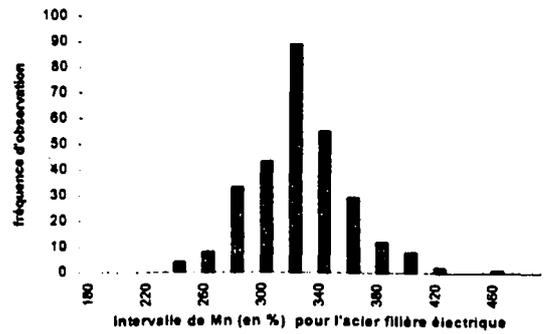


Figure 77 : Mn filière électrique galvanisé

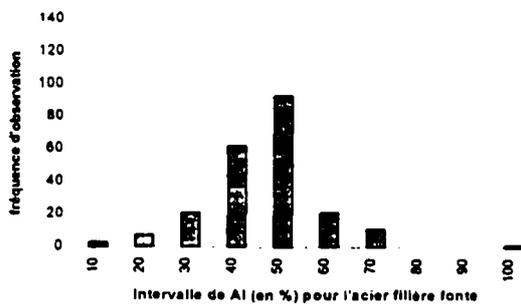


Figure 78 : Al filière fonte galvanisé

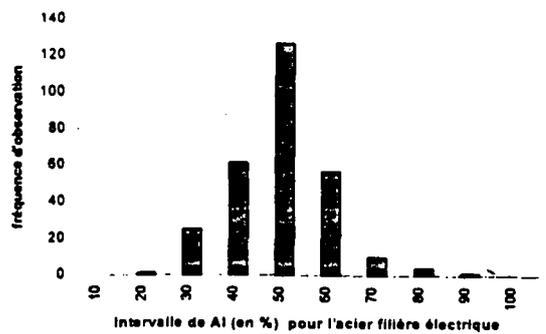


Figure 79 : Al filière électrique galvanisé

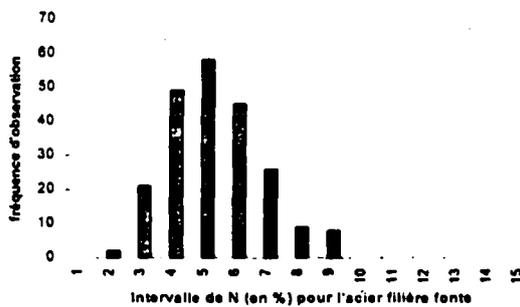


Figure 80 : N filière fonte galvanisé

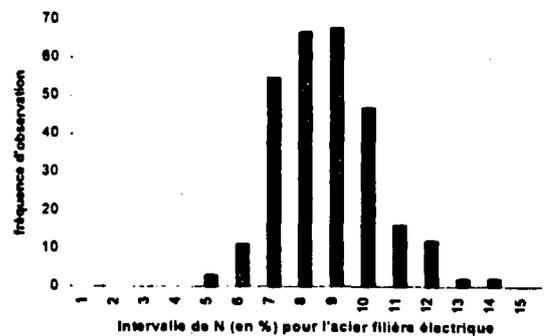


Figure 81 : N filière électrique galvanisé

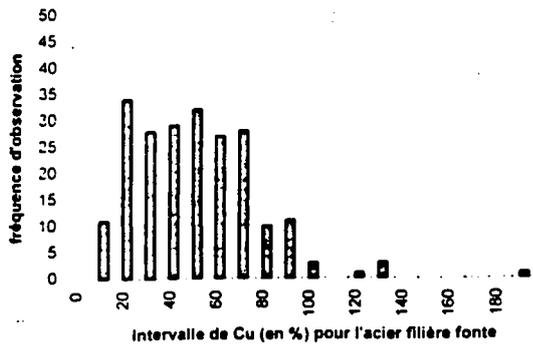


Figure 82 : Cu filière fonte galvanisé

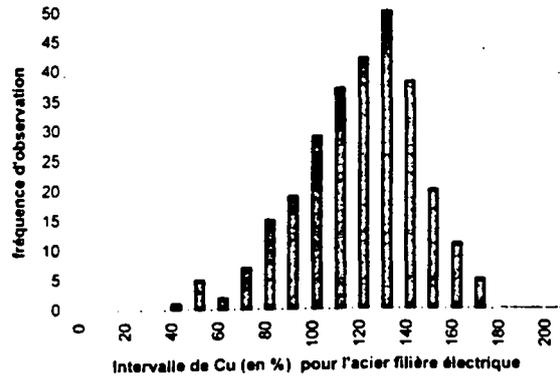


Figure 83 : Cu filière électrique galvanisé

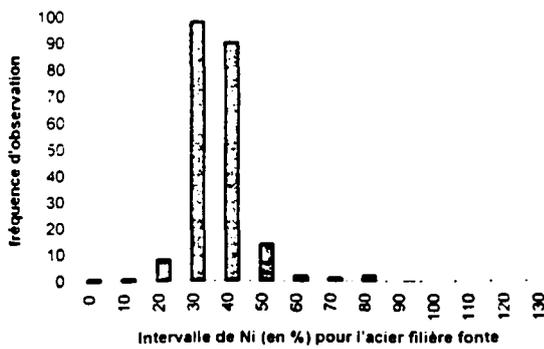


Figure 84 : Ni filière fonte galvanisé

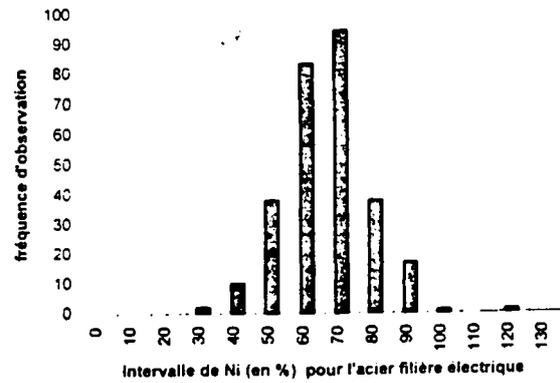


Figure 85 : Ni filière électrique galvanisé

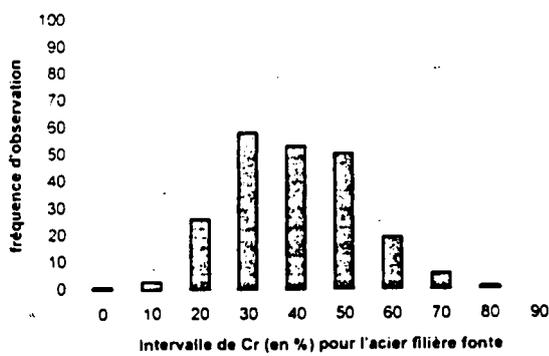


Figure 86 : Cr filière fonte galvanisé

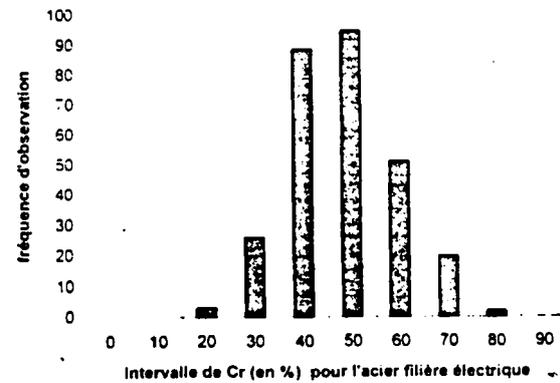


Figure 87 : Cr filière électrique galvanisé

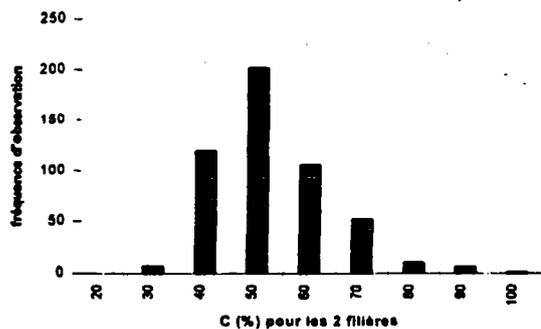


Figure 89 : distribution des fréquences d'observation de C dans la base de données

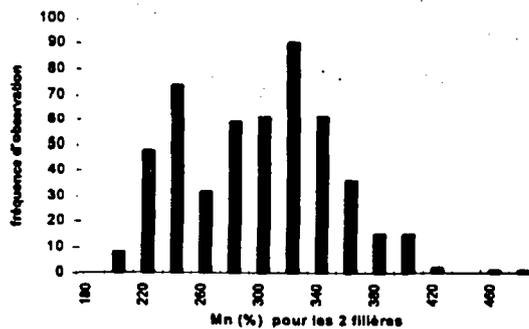


Figure 90 : distribution des fréquences d'observation de Mn dans la base de données

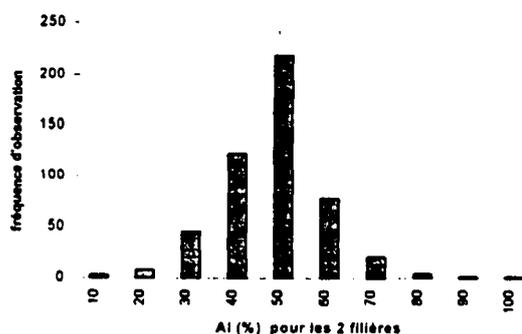


Figure 91 : distribution des fréquences d'observation de Al dans la base de données

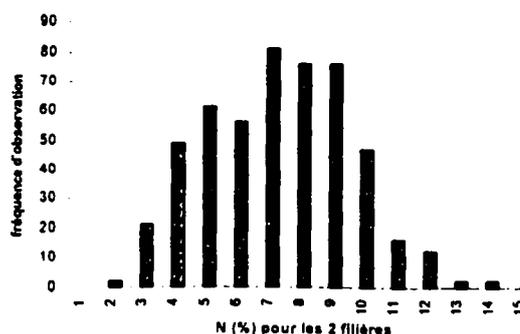


Figure 92 : distribution des fréquences d'observation de N dans la base de données

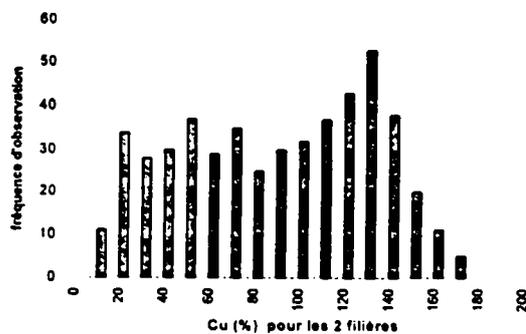


Figure 93 : distribution des fréquences d'observation de Cu dans la base de données

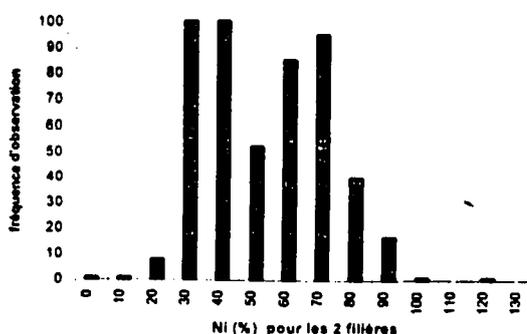


Figure 94 : distribution des fréquences d'observation de Ni dans la base de données

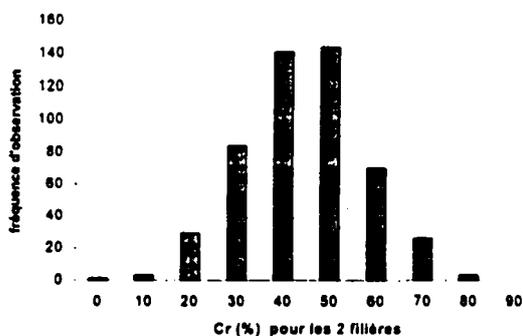


Figure 95 : distribution des fréquences d'observation de Cr dans la base de données

		C	Mn	Al	N	Cu	Ni	Cr
Filière fonte	min	26	186	2	1,8	5	0	0
	max	92	472	92	8,7	128	74	73
	moy	46	252	42	4,9	44	31	35
Filière électrique	min	29	221	20	4,5	35	25	18
	max	88	448	83	13,9	196	117	73
	moy	49	314	45	8,2	114	61	44

Tableau 88 : Fourchette de concentration de l'acier FeP02G suivant la filière d'élaboration
(en millièmes de %)

III. 12. 3 - Distribution des fréquences d'observation des éléments chimiques pour les deux filières d'élaboration confondues

L'observation des distributions de fréquence d'observation des éléments chimiques pour les deux filières d'élaboration confondues (*figures 89 à 95*) nous permet d'évaluer la variation de chaque élément chimique dans la base de données et donc le poids avec lequel cet élément va intervenir dans l'analyse statistique ultérieure.

- Le carbone, l'aluminium et le chrome ont des distributions gaussiennes relativement étroites. Pour ces trois éléments, leur présence dans une loi de régression traduira une influence très forte sur la variable dépendante, alors que leur absence ne permettra pas de conclure puisqu'elle peut simplement être liée à une variation insuffisante de l'élément pour être significative.
- Le manganèse, l'azote, le cuivre et le nickel présentent en revanche des distributions très larges traduisant une variation absolue importante, même si dans le cas du manganèse nous avons vu que la variation relative traduite par le coefficient de variation est plus faible. L'absence de l'un ou l'autre de ces éléments dans une loi de régression traduira le fait qu'il n'a quasiment pas d'influence sur la variable dépendante.

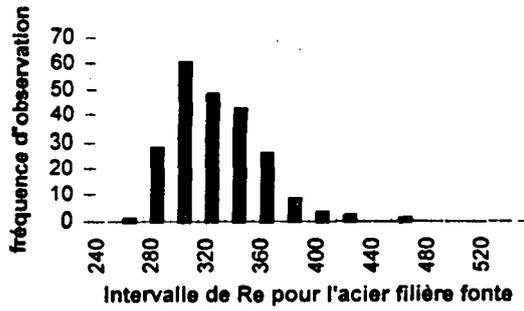


Figure 96 :Re filière fonte galvanisé

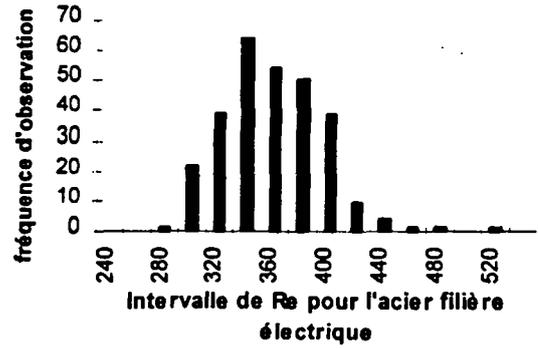


Figure 97 :Re filière électrique galvanisé

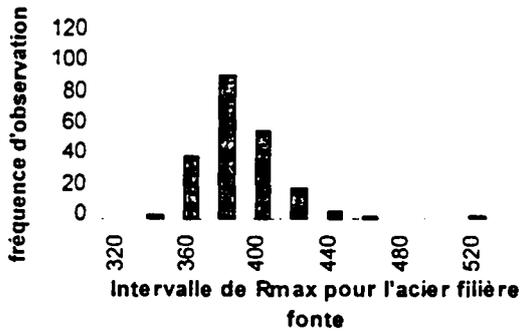


Figure 98 :Rmax filière fonte galvanisé

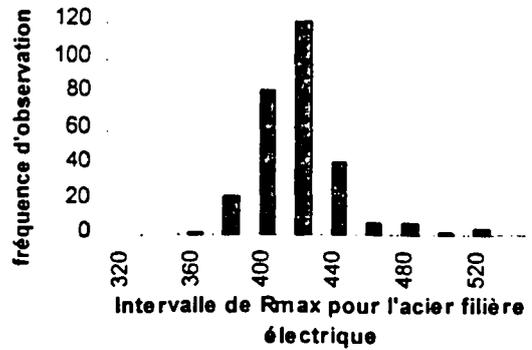


Figure 99 :Rmax filière électrique galvanisé

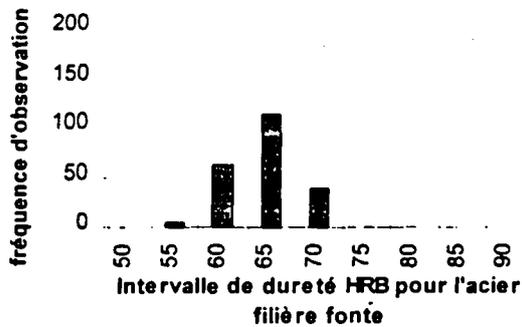


Figure 100 :HRB filière fonte galvanisé

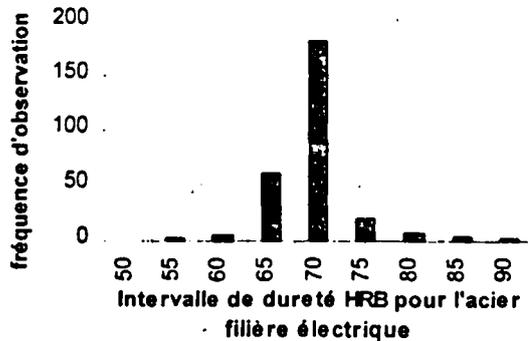


Figure 101 :HRB filière électrique galvanisé

III. 2 - ETUDE STATISTIQUE

III. 21 - Analyse de la distribution de fréquences d'observation des caractéristiques mécaniques pour chacune des deux filières

Nous allons tout d'abord dresser pour chacune des deux filière la distribution de fréquences d'observation des variables dépendantes à savoir, la limite d'élasticité R_e , la résistance à la traction R_{max} , l'allongement à la rupture $A\%$, la longueur du palier à la limite d'élasticité A_p et la dureté HRB. Pour bien visualiser la variabilité des caractéristiques, nous avons choisi une présentation par palier alors que la répartition réelle est continu, hormis le taux de réduction qui est une variable discrète. Nous avons volontairement différencié les observations sur tôles galvanisées et sur tôles laquées, ces dernières ayant subi le phénomène de vieillissement de l'acier lors de la cuisson de la peinture.

III. 21. 1 - Cas des tôles galvanisées

Dans le cas des tôles galvanisées, le nombre d'observations pour les deux modes d'élaboration est de 219 pour la filière fonte et 284 pour la filière électrique.

- Distribution des fréquences d'observation de la limite d'élasticité R_e :

	moyenne	médiane	écart type	étendue
FONTE	314 MPa	310 MPa	31 MPa	199 MPa
ELECTRIQUE	350 MPa	350 MPa	35 MPa	250 MPa

La comparaison des histogrammes décrivant la distribution pour les filières fonte (*figure 96*) et électrique (*figure 97*) fait apparaître une distribution dissymétrique à droite dans les deux cas. La dispersion est importante pour les deux filières. Elle est toutefois très supérieure pour l'acier filière électrique. En effet, la distribution de fréquence de l'acier filière électrique a une étendue de 250 MPa pour seulement 199 MPa dans le cas de la filière fonte. De même les écarts types sont de 35 MPa pour la filière électrique et de 31 MPa pour la filière fonte. On définit les sous-populations de très faible fréquence situées aux limites des histogrammes comme observations statistiquement suspectes. On peut citer par exemple les observations à 460 MPa pour la filière fonte ou à 520 MPa pour l'acier filière électrique. Dans la suite de l'étude statistique, ces observations seront éliminées de la base de données.

Enfin, la comparaison des moyennes nous permet de dire que globalement la limite d'élasticité de l'acier filière électrique est supérieure de 36 MPa à celle de l'acier filière fonte.

- Distribution de fréquences d'observation de la résistance à la traction R_{max} :

	moyenne	médiane	écart type	étendue
FONTE	379 MPa	377 MPa	21 MPa	170 MPa
ELECTRIQUE	410 MPa	405 MPa	26 MPa	262 MPa

Les observations de la variable R_{max} pour les aciers filière fonte et filière électrique (figures 98 et 99) font apparaître deux distributions relativement symétriques autour de la moyenne qui est de 379 MPa pour la filière fonte et de 410 MPa pour la filière électrique. Dans les deux cas, la distribution des fréquences est relativement pointue comprise essentiellement entre :

360 et 420 pour la filière fonte,

380 et 440 pour la filière électrique.

On note toutefois que la dispersion est plus importante dans le cas de la filière électrique. L'étendue est alors plus importante (170 MPa pour la filière fonte et 262 MPa pour la filière électrique) ainsi que l'écart-type (21 MPa pour la filière fonte par rapport à 26 MPa pour la filière électrique). On remarque une valeur statistiquement suspecte de 520 MPa qui sort complètement de la distribution des fréquences d'observation pour l'acier filière fonte.

Globalement la résistance à la traction de l'acier filière électrique est supérieure de 21 MPa par rapport à la résistance à la traction de l'acier filière fonte.

- Distribution de fréquences d'observation de la dureté HRB :

	moyenne	médiane	écart type	étendue
FONTE	62 HRB	62 HRB	4 HRB	32 HRB
ELECTRIQUE	68 HRB	68 HRB	4 HRB	31 HRB

La dispersion des deux distributions de fréquences d'observation de la dureté HRB (figures 100 et 101), symétriques par ailleurs, est faible avec un écart-type de 4 HRB pour les deux filières. Les variations de la dureté sont essentiellement situées entre 60 et 70 pour la filière

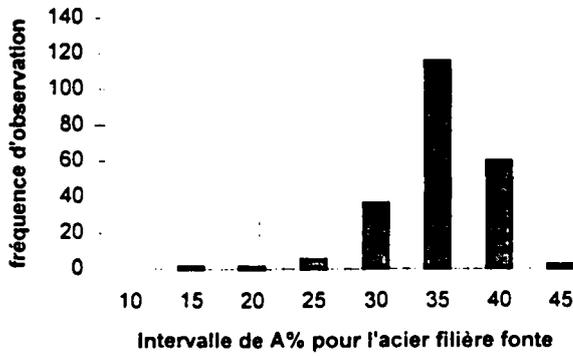


Figure 102 : A% filière fonte galvanisé

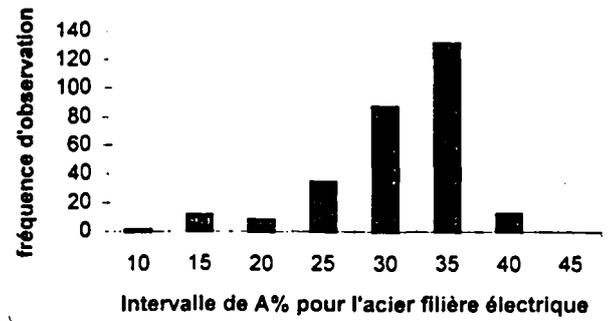


Figure 103 : A% filière électrique galvanisé

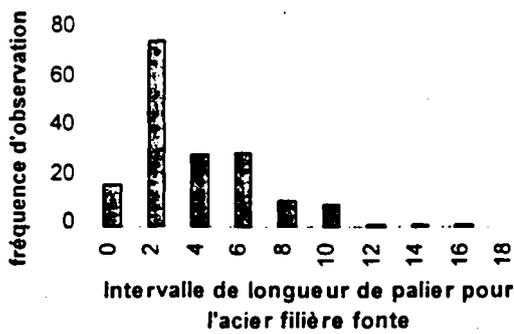


Figure 104 : Ap filière fonte galvanisé

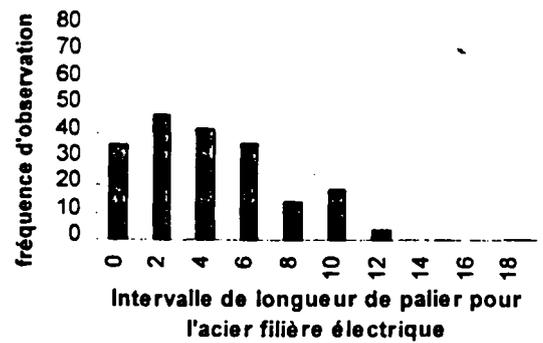


Figure 105 : Ap filière électrique galvanisé

fonte, et 65 et 75 pour la filière électrique, la population à 70 HRB étant très majoritaire dans ce dernier cas.

La filière électrique présente une dureté moyenne supérieure de 6 HRB par rapport à la filière fonte.

- Distribution de fréquences d'observation de l'allongement à la rupture A% :

	moyenne	médiane	écart type	étendue
FONTE	33 %	34 %	4 %	27 %
ELECTRIQUE	29 %	31 %	5 %	28 %

Les observations de la variable A% pour les aciers filière fonte et filière électrique (*figures 102 et 103*) montrent des distributions différentes. Pour l'acier filière fonte, l'écart-type est de 4 % et la distribution est située principalement entre 30 et 40% d'allongement à la rupture, la moyenne étant de 33%. La distribution des fréquences pour l'acier filière électrique est plutôt dissymétrique à gauche par rapport à la valeur moyenne de 29% avec une dispersion un peu plus importante se traduisant par un écart type de 5%.

Globalement l'allongement à la rupture de l'acier filière électrique est inférieur de 4% par rapport à l'allongement à la rupture observé pour l'acier filière fonte.

- Distribution des fréquences d'observation de la longueur du palier Ap :

	moyenne	médiane	écart type	étendue
FONTE	3 mm	2 mm	3 mm	15 mm
ELECTRIQUE	4 mm	3 mm	3 mm	12 mm

Les distributions des fréquences d'observation pour les deux filières (*figures 104 et 105*) présentent une dispersion importante qui se traduit par des écarts-type de 3 mm pour la filière fonte et la filière électrique. Mais, si les deux ensembles statistiques ont une moyenne relativement proche, 3,35 mm pour la filière fonte et 3,75 mm pour la filière électrique, leurs distributions sont très différentes. La filière fonte présente un pic très marqué correspondant à l'observation médiane 2 mm, alors que la filière électrique se distingue par une distribution large située entre 0 et 6 mm.

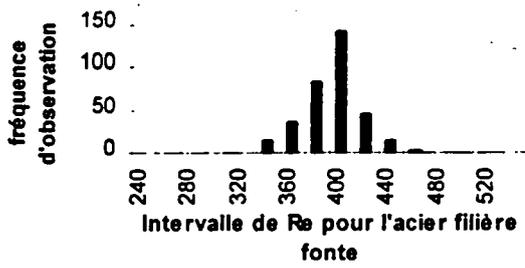


Figure 106 :Re filière fonte laqué

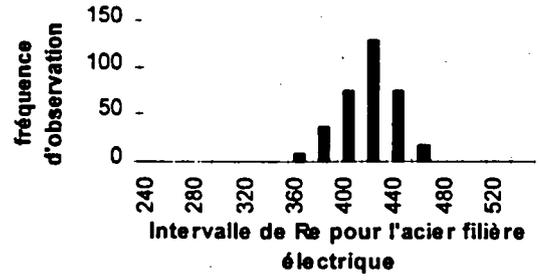


Figure 107 :Re filière électrique laqué

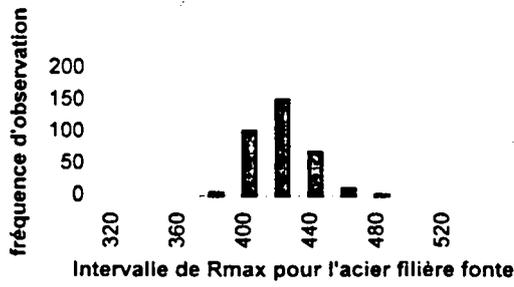


Figure 108 :Rmax filière fonte laqué

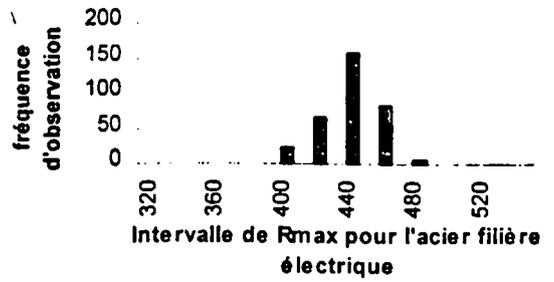


Figure 109 :Rmax filière électrique laqué

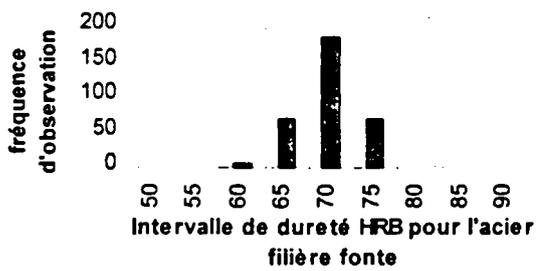


Figure 110 :HRB filière fonte laqué

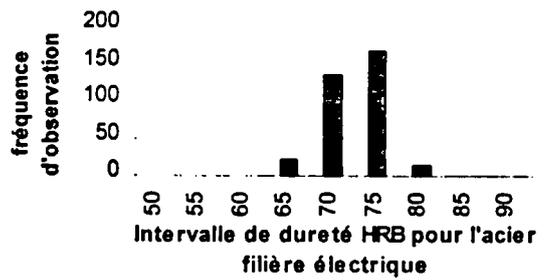


Figure 111 :HRB filière électrique laqué

III. 21. 2 - Cas des tôles après laquage

Dans le cas des tôles laquées, le nombre d'observations pour les deux modes d'élaboration est de 333 pour la filière fonte et 338 pour la filière électrique.

- Distribution des fréquences d'observation de la limite d'élasticité R_e :

	moyenne	médiane	écart type	étendue
FONTE	386 MPa	385 MPa	23 MPa	125 MPa
ELECTRIQUE	408 MPa	410 MPa	23 MPa	145 MPa

Les histogrammes présentés par les *figures 106 et 107* montrent les distributions des fréquences d'observation de la limite d'élasticité pour les deux modes d'élaboration. On remarque que l'allure de ces deux distributions est parfaitement similaire et symétrique. Elles sont centrées sur la moyenne qui est confondue avec la médiane et de valeur 386 MPa pour la filière fonte et 408 MPa pour la filière électrique. Dans les deux cas, la dispersion est également semblable puisque les écarts-type sont similaires quelle que soit la filière.

Globalement les deux distributions diffèrent par la moyenne, la filière électrique présentant une limite d'élasticité supérieure de 22 MPa par rapport à celle de la filière fonte.

- Distribution des fréquences d'observation de la résistance à la traction R_{max} :

	moyenne	médiane	écart type	étendue
FONTE	412 MPa	410 MPa	16 MPa	88 MPa
ELECTRIQUE	432 MPa	435 MPa	17 MPa	110 MPa

L'analyse des distributions des fréquences pour la résistance à la traction de l'acier filière électrique et de l'acier filière fonte (*figures 108 et 109*) montre un comportement similaire au cas précédent. c'est à dire une distribution symétrique et une dispersion équivalente. On peut remarquer toutefois que la plage de variation est située entre 400 et 440 MPa pour la filière fonte et 420 et 460 MPa pour la filière électrique.

Globalement la résistance à la traction de l'acier filière électrique est supérieure de 20 MPa à la résistance à la traction de l'acier filière fonte.

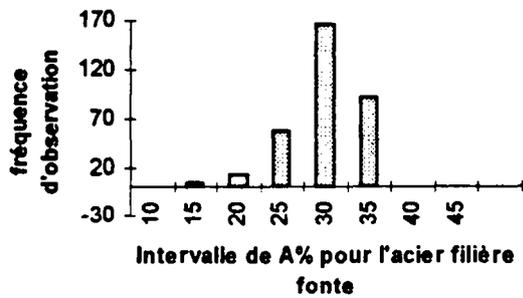


Figure 112 : A% filière fonte laqué

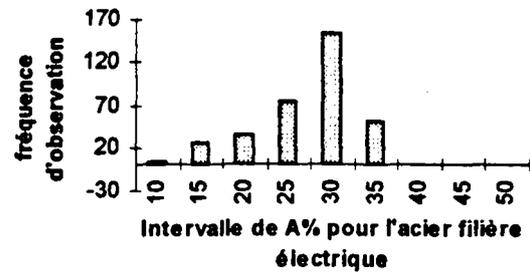


Figure 113 : A% filière électrique laqué

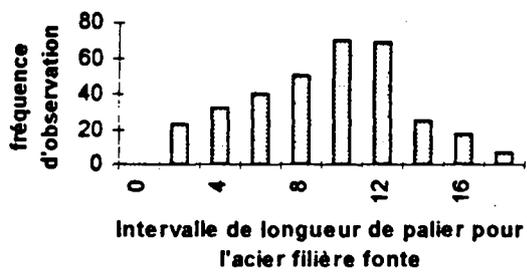


Figure 114 : Ap acier filière fonte laqué

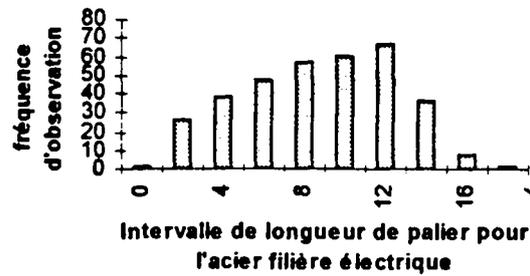


Figure 115 : Ap acier filière électrique laqué

- Distribution de fréquences d'observation de la dureté HRB :

	moyenne	médiane	écart type	étendue
FONTE	68	68	3	20
ELECTRIQUE	71	71	3	17

Les distributions de dureté pour l'acier filière fonte et l'acier filière électrique (*figures 110 et 111*) sont symétriques. la moyenne étant confondue avec la médiane, et la dispersion identique. Pour l'acier filière fonte, elle est plus précisément située entre 65 et 75 HRB.

Pour l'acier filière électrique, la dureté est surtout située entre 70 et 75 HRB.

En moyenne, la dureté de l'acier filière électrique est supérieure de 3 HRB à celle de l'acier filière fonte.

- Distribution des fréquences d'observation de l'allongement à la rupture A% :

	moyenne	médiane	écart type	étendue
FONTE	28 %	29 %	4 %	25 %
ELECTRIQUE	26 %	27 %	6 %	29 %

Les distributions des fréquences d'observation de l'allongement à la rupture pour les deux filières (*figures 112 et 113*) sont caractérisées par une dissymétrie à gauche de la mesure la plus fréquente qui est de 30 % dans les deux cas. Il existe pourtant un léger écart entre les moyennes qui sont de 28 % d'allongement à la rupture pour l'acier filière fonte et 26% pour l'acier filière électrique. De plus, la dispersion est plus importante pour l'acier filière électrique tant en terme d'étendue que d'écart type.

- Distribution des fréquences d'observation de la longueur du palier Ap :

	moyenne	médiane	écart type	étendue
FONTE	9 mm	9 mm	4 mm	17 mm
ELECTRIQUE	8 mm	9 mm	4 mm	17 mm

Pour cette variable, la dispersion présentée par les observations sur les ensembles statistiques de l'acier filière fonte et de l'acier filière électrique (*figures 114 et 115*) est importante mais identique dans les deux cas surtout en terme d'étendue, l'écart type étant de 4 mm. Dans les deux cas, les moyennes sont proches de 9 mm pour la filière fonte et 8 mm pour la filière électrique, la médiane étant identique égale à 9 mm.

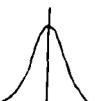
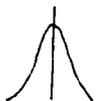
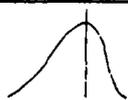
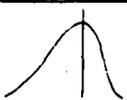
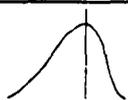
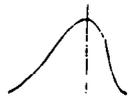
	GALVANISE		LAQUE	
	filière fonte	filière électrique	filière fonte	filière électrique
Re				
allure				
écart type	$E = 31$	$1,13E$	$E = 23$	E
moyenne	$M = 314 \text{ MPa}$	$M+36 \text{ MPa}$	$M = 386 \text{ MPa}$	$M+22 \text{ MPa}$
Rmax				
allure				
écart type	$E = 21$	$1,24E$	$E = 16$	$1,06E$
moyenne	$M = 379 \text{ MPa}$	$M-21 \text{ MPa}$	$M = 412 \text{ MPa}$	$M+20 \text{ MPa}$
A%				
allure				
écart type	$E = 4$	$1,25E$	$E = 4$	$1,5 E$
moyenne	$M = 33 \%$	$M-4\%$	$M = 28 \%$	$M-2 \%$
Ap				
allure				
écart type	$E = 3$	E	$E = 4$	E
moyenne	$M = 3 \text{ mm}$	$M-1 \text{ mm}$	$M = 9 \text{ mm}$	$M-1 \text{ mm}$
HRB				
allure				
écart type	$E = 4$	E	$E = 3$	E
moyenne	$M = 62 \text{ HRB}$	$M+6 \text{ HRB}$	$M = 68 \text{ HRB}$	$M+3 \text{ HRB}$

Tableau 116 : comparaison des profils des distributions de fréquences pour les différentes variables dépendantes de l'acier filière électrique par rapport à l'acier filière fonte

III. 21. 3 - Synthèse

Le *tableau 116* récapitule les résultats essentiels de l'analyse des distributions des fréquences d'observation pour les deux filières d'élaboration de l'acier dans le cas des tôles galvanisées et des tôles laquées. On remarque principalement qu'en moyenne, l'acier filière électrique présente, et ce aussi bien pour le galvanisé que pour le laqué, un durcissement se traduisant par une limite d'élasticité, une résistance à la traction et une dureté plus importante alors que l'allongement à la rupture est par contre plus faible. Le palier à la limite d'élasticité est quant à lui relativement identique quelle que soit la filière d'élaboration de l'acier. De plus, la dispersion des différentes variables R_e , R_{max} , $A\%$, A_p et HRB est généralement plus importante pour la filière électrique.

III. 22 - Evolution moyenne des caractéristiques mécaniques en fonction du taux de réduction pour chacune des filières

Nous avons déjà montré lors des chapitres précédents que le taux de réduction joue un rôle essentiel sur l'évolution des caractéristiques mécaniques de l'acier. Aussi, allons-nous maintenant analyser plus en détail l'évolution de la limite d'élasticité, de la résistance à la traction, de l'allongement à la rupture et de la longueur du palier en fonction du taux de réduction pour les deux modes d'élaboration dans le cas des tôles galvanisées. Puis, pour les taux de réduction de 75 et 80%, nous évaluerons l'influence du vieillissement sur les caractéristiques mécaniques en comparant les résultats obtenus dans le cas des tôles galvanisées et laquées.

III. 22. 1 - Caractéristiques mécaniques des tôles galvanisées

Dans le cas des tôles galvanisées, on observe, pour une variation du taux de réduction de 48 à 80%, une évolution globalement monotone sous forme :

- d'une augmentation de la limite d'élasticité R_e (*figure 117*) qui passe de 290 à 360 MPa pour la filière fonte et de 320 à 390 MPa pour la filière électrique,
- d'une augmentation de la résistance à la traction R_{max} (*figure 118*) évoluant de 370 à 390 MPa pour la filière fonte et de 390 à 420 MPa pour la filière électrique,
- d'une relative stabilité de l'allongement à la rupture $A\%$ (*figure 119*) à environ 32% pour la filière fonte et 29 % pour la filière électrique,

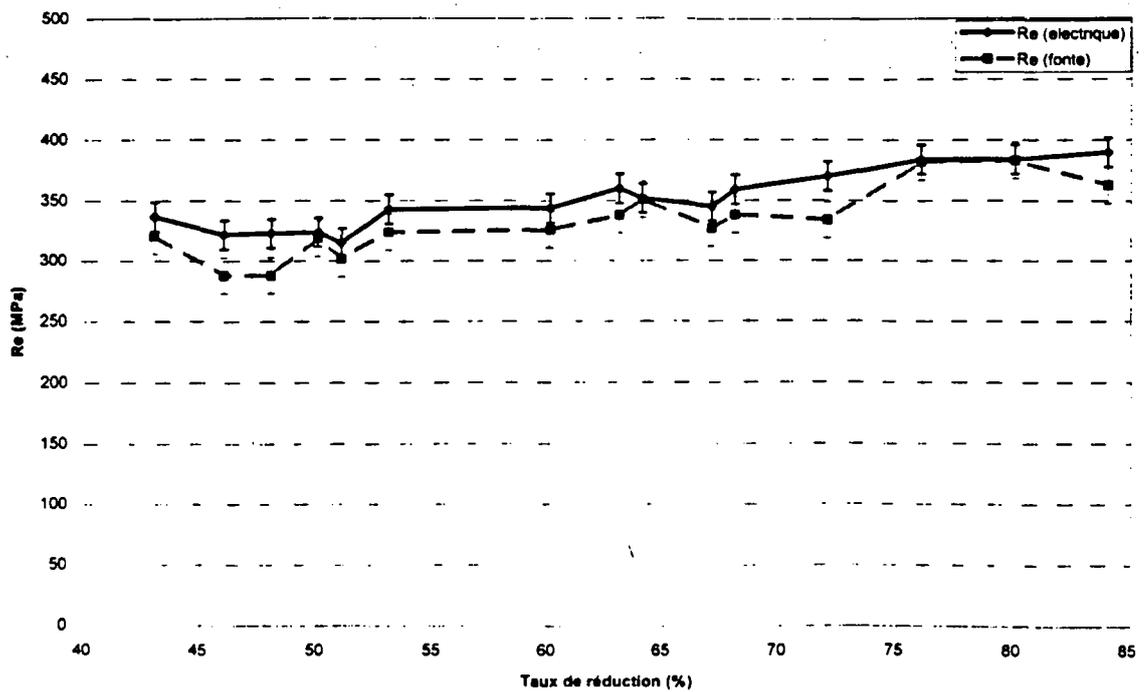


Figure 117 : Comparaison de la limite d'élasticité des aciers filière électrique et filière fonte galvanisés pour différents taux de réduction

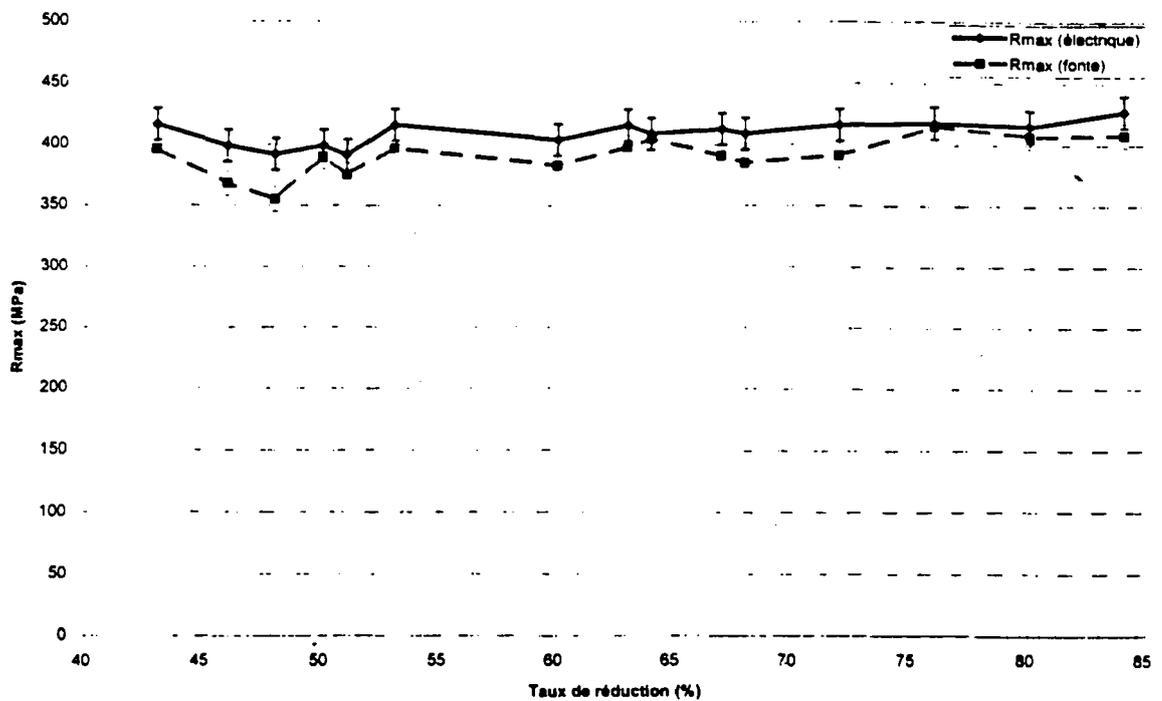


Figure 118 : Comparaison de la résistance à la traction des aciers filière électrique et filière fonte galvanisés pour différents taux de réduction

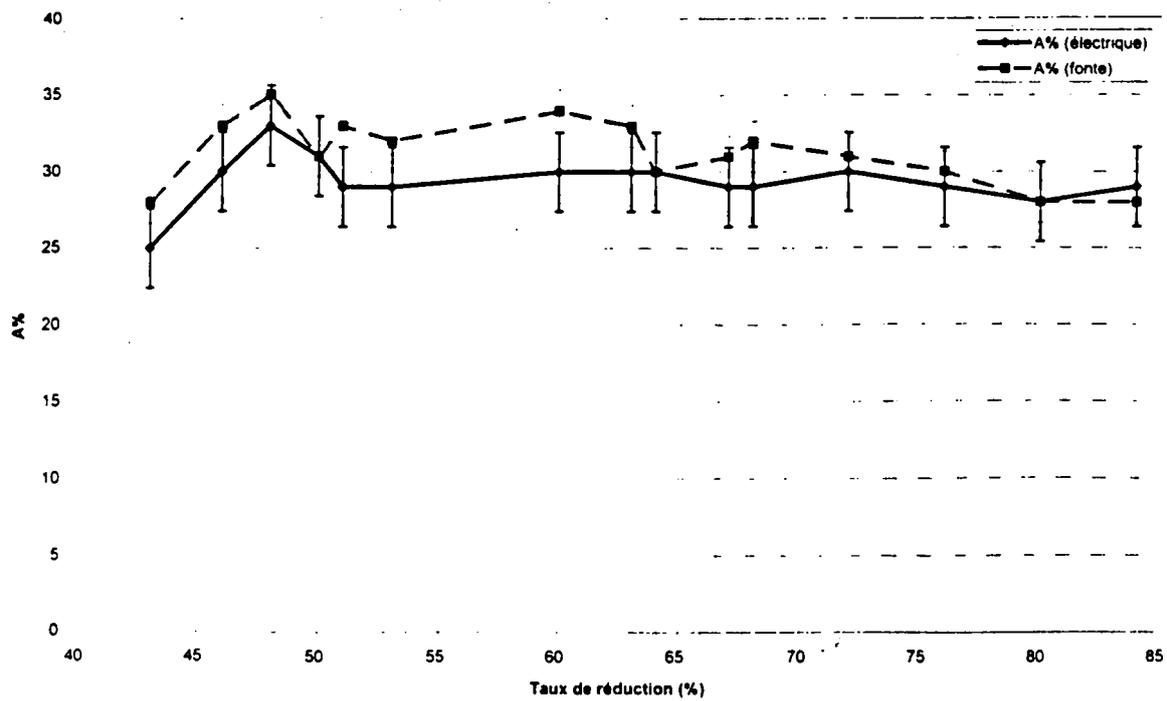


Figure 119 : Comparaison de l'allongement à la rupture des aciers filière électrique et filière fonte galvanisés pour différents taux de réduction

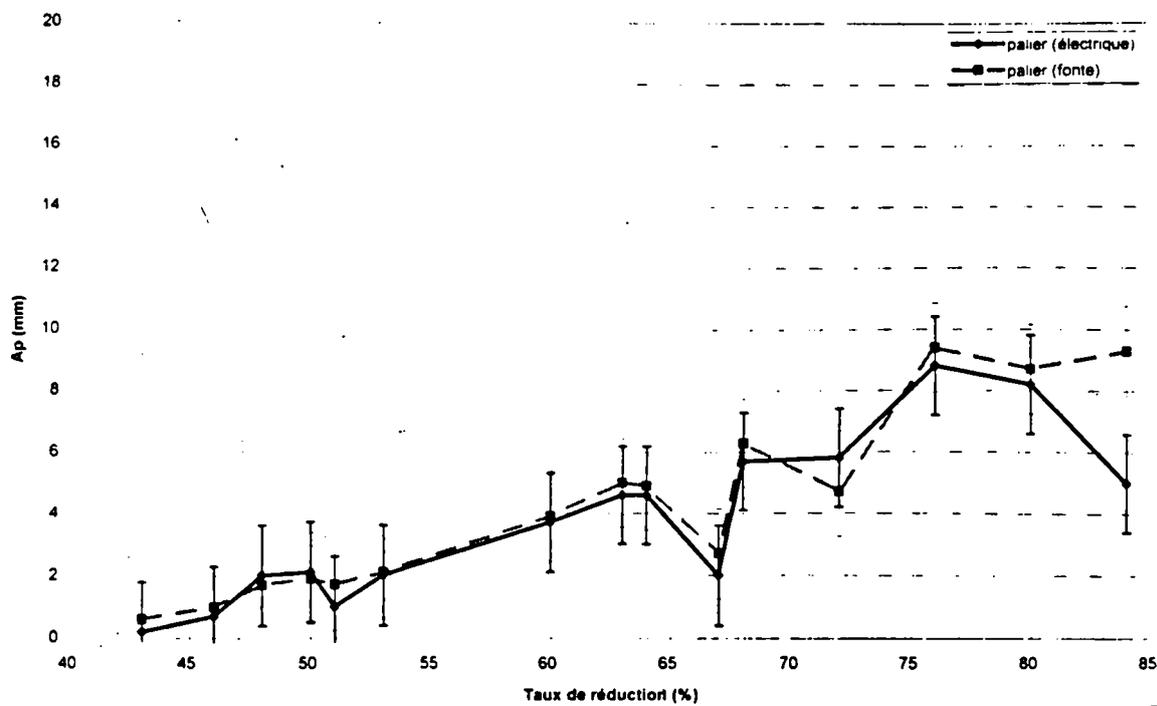


Figure 120 : Comparaison de la longueur du palier à la limite d'élasticité des aciers filière électrique et filière fonte galvanisés pour différents taux de réduction

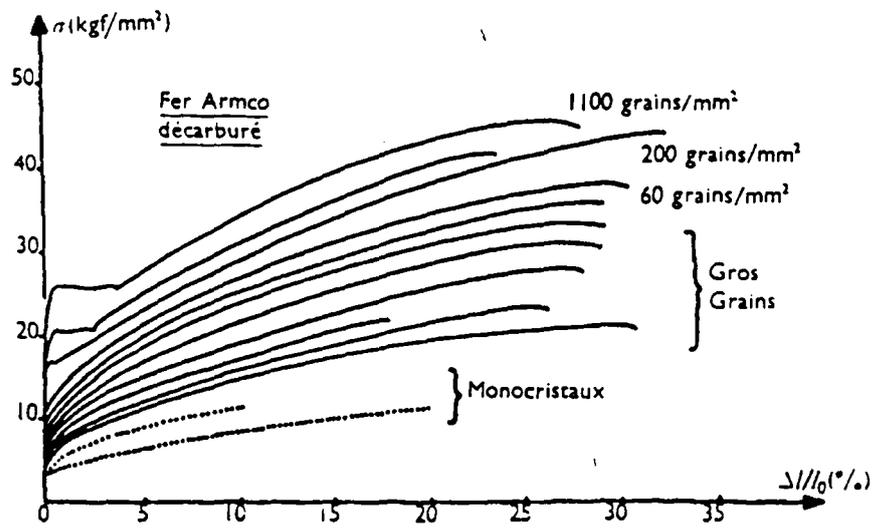


Figure 121 : Influence de la taille de grain sur la longueur du palier [JAO65]

- d'une augmentation de la longueur du palier A_p (*figure 120*) qui passe de 1 à 9 mm pour la filière fonte ainsi que pour la filière électrique.

On peut noter que les fourchettes de variation sur chacun des points de ces courbes peuvent parfois amener les courbes représentatives de la filière électrique et de la filière fonte à se rejoindre ponctuellement (par exemple aux alentours de 40, 65 et 80% de réduction). Ceci semble être fortuit et plus devoir être attribué à l'échantillonnage qu'à d'autres raisons liées au process.

Toutefois, lorsque le taux de réduction est inférieur à 48%, les courbes suivent une évolution nettement différente. La limite d'élasticité et la résistance à la traction pour les taux de réduction de 42 et 46 % sont plus élevées que celles mesurées pour 48%, alors que l'allongement à la rupture est par contre plus faible. De plus pour ces faibles taux de réduction, l'évolution de R_e et R_{max} est décroissante alors que l'allongement à la rupture croît. On peut penser que, pour les taux de réduction faibles ($\leq 48\%$) et donc les épaisseurs de tôle relativement fortes ($>1,8$ mm), la recristallisation n'est pas totale en raison d'une germination et d'une cinétique de croissance des grains plus faibles par rapport aux cycles de recuit imposés par la production. Dans ce cas, il reste un certain écrouissage dans la microstructure du matériau mais qui conduit à une limite d'élasticité et une résistance à la traction plus élevée ainsi qu'une réduction de l'allongement à la rupture.

Revenons maintenant au comportement des caractéristiques mécaniques entre 48 et 80% de réduction. Ces résultats mettent en évidence l'importante influence du taux de réduction sur les propriétés mécaniques des tôles galvanisées pour une filière d'élaboration donnée. On peut relier l'augmentation de R_e , R_{max} , A_p et la stabilité de $A\%$ à une évolution de la microstructure du matériau vers des grains d'autant plus petits que le taux de réduction est grand. En effet, un taux d'écrouissage initial plus important crée plus de sites de germination lors du recuit, ce qui entraîne une diminution de la taille des grains recristallisés [BEG79]. Il est bien connu que la limite d'élasticité augmente quand la taille des grains diminue suivant la loi de Hall-Petch [CAH70]. De plus, B. JAOUL [JAO65] montre dans le cas du fer Armco que la longueur du palier croît quand le diamètre moyen des grains diminue (*figure 121*).

A taux d'écroutissage identique, la comparaison des caractéristiques mécaniques obtenues pour les deux filières montre que l'acier électrique se caractérise par des valeurs plus élevées de limite d'élasticité, de résistance à la traction et par un allongement à la rupture plus faible. Ce phénomène de durcissement est lié à une composition chimique plus chargée en éléments durcissants bien connus, comme l'azote, le manganèse, les résiduels agissant par effet de solution solide et par précipitation. C'est ce que nous tenterons de mettre en évidence dans les chapitres suivants.

III. 22. 2 - Caractéristiques mécaniques des tôles après laquage

A cette étape de l'analyse, il est intéressant de comparer les résultats obtenus pour les tôles galvanisées et pour les tôles laquées. Dans les deux cas, le processus industriel diffère. En effet, après la galvanisation, la préparation de surface avant laquage assurée lors du skin-pass de même que le cycle de cuisson de la peinture, entraînent le vieillissement après écroutissage de l'acier. Nous avons décrit en détail ce phénomène au paragraphe II. 5 de la 2^{ème} partie.

Les résultats moyens statistiques des caractéristiques mécaniques de l'acier galvanisé et de l'acier laqué pour les taux de réduction compris entre 75 et 80% sont présentés dans le *tableau 122*.

CARACTERISTIQUES MECANIKES MOYENNES					
GALVANISE			LAQUE		
Re (MPa)	Rmax (MPa)	A%	Re (MPa)	Rmax (MPa)	A%
acier filière fonte					
360	390	32	386	412	28
acier filière électrique					
384	417	29	408	432	26

Tableau 122 : Caractéristiques mécaniques moyennes avant et après laquage des aciers en fonction du mode d'élaboration pour des taux de réduction compris entre 75 et 80%

Quelque soit le mode d'élaboration de l'acier, après laquage, les tôles minces subissent le phénomène de vieillissement qui se traduit par une augmentation de Re (386 par rapport à 360 MPa pour la filière fonte et 408 par rapport à 384 MPa pour la filière électrique), Rmax (412 par rapport à 390 MPa pour la filière fonte et 432 par rapport à 417 MPa pour la filière

électrique) et une réduction de l'allongement à la rupture (28 par rapport à 32 % pour la filière fonte et 26 par rapport à 29 % pour la filière électrique).

Le *tableau 123* reprend ces mêmes résultats sous forme d'écart définis de la façon suivante

- un écart absolu correspondant à DRe, DRmax et DA%, défini selon :

$$DRe = Re(\text{laqué}) - Re(\text{galvanisé})$$

- un écart relatif correspondant à DRe/Re, DRmax/Rmax et DA/A%, défini selon :

$$DRe/Re = [Re(\text{laqué}) - Re(\text{galvanisé})] / Re(\text{galvanisé})$$

EVOLUTION DES CARACTERISTIQUES DUE AU LAQUAGE					
ECART ABSOLU			ECART RELATIF		
DRe (MPa)	DRmax	DA%	DRe/Re (%)	DRm/Rm (%)	DA/A%
acier filière fonte					
26	22	-5	7	6	-15
acier filière électrique					
24	15	-3	6	4	-10

Tableau 123 : Evolution après laquage des caractéristiques mécaniques moyennes de l'acier de réduction en fonction de la filière d'élaboration entre 75 et 80%

Plus que l'effet du durcissement en termes de contraintes, on remarquera la forte diminution de l'allongement à la rupture qui est réduit de 15 % dans le cas de la filière fonte et de 10 % pour la filière électrique. De plus, la comparaison entre aciers issus des filières fonte et électrique montre que l'intensité du vieillissement est moindre pour les aciers filière électrique. En effet, pour l'acier filière fonte, l'augmentation de Re et Rmax est respectivement de 7 et 6 % alors que pour la filière électrique on ne mesure qu'une augmentation plus réduite de 6 % sur Re et 4 % pour Rmax. De même la réduction de l'allongement à la rupture après vieillissement est moindre pour l'acier filière électrique.

Comme nous l'avons déjà vu précédemment, on attribue généralement le vieillissement à la diffusion des atomes interstitiels (carbone et azote) vers les dislocations ou lacunes, formant les nuages de Cottrell et bloquant les dislocations. Pour réduire le vieillissement, il est donc nécessaire de jouer sur la teneur en interstitiels libres.

Dans notre cas, la comparaison des compositions chimiques a montré que l'acier filière électrique est le plus chargé en azote (0,0082% pour 0,0049% pour la filière fonte en

moyenne). Le vieillissement de l'acier filière électrique étant moins prononcé, l'azote doit être présent sous forme combinée pour ne pas participer au blocage des dislocations. Or, les teneurs en éléments nitrurigènes, aluminium et chrome, sont identiques pour les deux modes d'élaboration. De plus, aucune différence de process ne permet de faire la supposition d'une précipitation privilégiée des nitrures dans le cas de la filière électrique. Nous démontrons ici que la compréhension des résultats ci-dessus ne peut être simplement obtenue par l'analyse de la composition chimique moyenne de l'acier élaboré pour chaque filière. Nous allons donc maintenant tenter de mettre en évidence par le calcul et l'analyse de lois de régression linéaire l'influence de ces éléments

III. 23 - Etude de la régression liant les caractéristiques mécaniques à la composition chimique et au taux de réduction

L'objectif de ce paragraphe est d'évaluer la part liée à la composition chimique de l'acier sur les variations des caractéristiques mécaniques. Dans la base de données, taux de réduction et composition chimique étant indissociables, nous avons choisi de réaliser cette analyse par le calcul des régressions entre variables dépendantes (que sont la limite d'élasticité R_e , la résistance à la traction R_{max} , l'allongement à la rupture $A\%$ et la longueur du palier A_p) et variables indépendantes (taux de réduction et composition chimique). Nous avons utilisé une méthode de régression linéaire multivariable par moindres carrés.

Les éléments chimiques pris en compte dans cette analyse sont les suivants : carbone, manganèse, aluminium, azote, cuivre, nickel et chrome. Tous les calculs présentés dans la suite sont réalisés avec des teneurs en éléments chimiques dans l'acier données en millièmes de pourcent. L'analyse statistique est réalisée pour chaque type de produit : galvanisé ou laqué. Pour les raisons que nous avons explicitées au paragraphe III. 22. 1, nous n'avons utilisé ici que les résultats pour les taux de réduction égaux ou supérieurs à 48%.

Il faut signaler que des considérations d'ordre métallurgique nous ont amenés à nous pencher sur les éventuelles interactions pouvant exister entre les éléments, qui interviendraient dans les lois de régression non plus individuellement mais sous forme combinée. L'analyse statistique que nous avons menée ne nous a toutefois pas permis de faire ressortir de telles

interactions. Aussi, l'ensemble de l'étude statistique présentée ci-après est-elle réalisée en considérant chaque élément chimique de façon individuelle.

III. 23. 1 - Conditions d'analyse et régression linéaire

Pour réaliser cette étude, nous avons utilisé le logiciel de statistique « Unistat » [UNI94]. Cette application permet l'analyse de la variance et l'établissement d'une loi de régression linéaire en utilisant la fonction « stepwise regression ».

Une loi de régression linéaire est définie par :

$$V_d = \text{cst} + a_1 V_{i1} + a_2 V_{i2} + a_3 V_{i3} \dots$$

avec V_d : variable dépendante

cst : constante

V_{in} : variable indépendante

a_n : coefficient de la variable V_{in}

La régression linéaire est obtenue lorsque l'écart quadratique moyen résiduel est minimum. La pertinence de la régression est alors caractérisée par un coefficient de corrélation de la régression, dont la valeur comprise entre 0 et 1 doit être maximale.

De même, une variable indépendante est définie comme ayant une influence significative sur le résultat lorsque l'écart quadratique moyen est minimum et que le coefficient p , appelé résidu, est nul (le résidu est la différence entre la valeur réelle de la variable indépendante et la valeur issue de la loi de régression).

L'ensemble des variables indépendantes, le taux de réduction et les différents teneurs considérés sont introduites comme variables entrant dans le calcul des lois de régression linéaire des variables dépendantes. Le logiciel calcule une loi de régression en utilisant l'ensemble des variables, puis élimine une à une les variables indépendantes présentant un coefficient p différent de 0, réajustant le calcul de la régression après chaque élimination.

III. 23. 2 - Calcul des lois de régression

Pour chaque variable dépendante Re , R_{max} , $A\%$, A_p , nous avons calculé la loi de régression linéaire en fonction des variables indépendantes normées : taux de réduction (%Red), teneur en carbone (C), manganèse (Mn), aluminium (Al), azote (N), cuivre (Cu), nickel (Ni), chrome (Cr), les teneurs étant exprimées en millièmes de %.

Nous avons normé les variables indépendantes par rapport à une bobine type à laquelle nous avons choisi d'attribuer la composition chimique et le taux de réduction correspondants aux valeurs moyennes de la base de données (*tableau 124*). Cette normalisation nous permet d'ajuster le coefficient de la régression (sachant qu'aucune des variables n'atteint jamais la valeur 0 dans la base de données) tout en étant sans effet sur les coefficients de la régression ni sur le coefficient de corrélation.

	C	Mn	Al	N	Cu	Ni	Cr	%RED
Composition type %	0,048	0,28	0,044	0,006	0,08	0,045	0,04	60

Tableau 124 : Composition chimique et taux de réduction de la bobine d'acier type utilisée pour l'évaluation des lois de régression

Le *tableau 125* suivant regroupe les différentes lois de régression linéaire et le coefficient de corrélation associé obtenues dans le cas de l'acier galvanisé et dans le cas de l'acier laqué.

lois de régression pour l'acier galvanisé	coefficient de corrélation
$Re = 328 + 3,17 N + 2,06 (\%Red) + 0,12 Cu + 0,10 Mn$	0,79
$R_{max} = 391 + 3,65 N + 0,73 (\%Red) + 0,42 C + 0,083 Cu + 0,058 Mn$	0,75
$A\% = 32 - 0,34 N - 0,039 C - 0,013 Cu - 0,083 (\%Red)$	0,42
$A_p = 3,60 + 0,21 (\%RED) - 0,023 Cr - 0,019 C + 0,0087 Cu$	0,68
lois de régression pour l'acier laqué	
$Re = 379 + 3,53 N + 0,79 (\%RED) + 0,16 Cu - 0,040 Mn$	0,53
$R_{max} = 399 + 1,87 N + 1,18 (\%RED) + 0,37 C + 0,088 Cu$	0,71
$A\% = 33 - 0,63 N - 0,28 (\%RED) + 0,060 C$	0,42
$A_p = 12 - 0,20 N - 0,19 (\%RED) - 0,037 C - 0,0094 Mn$	0,32

Tableau 125 : Lois de régression linéaire pour l'acier galvanisé et l'acier laqué

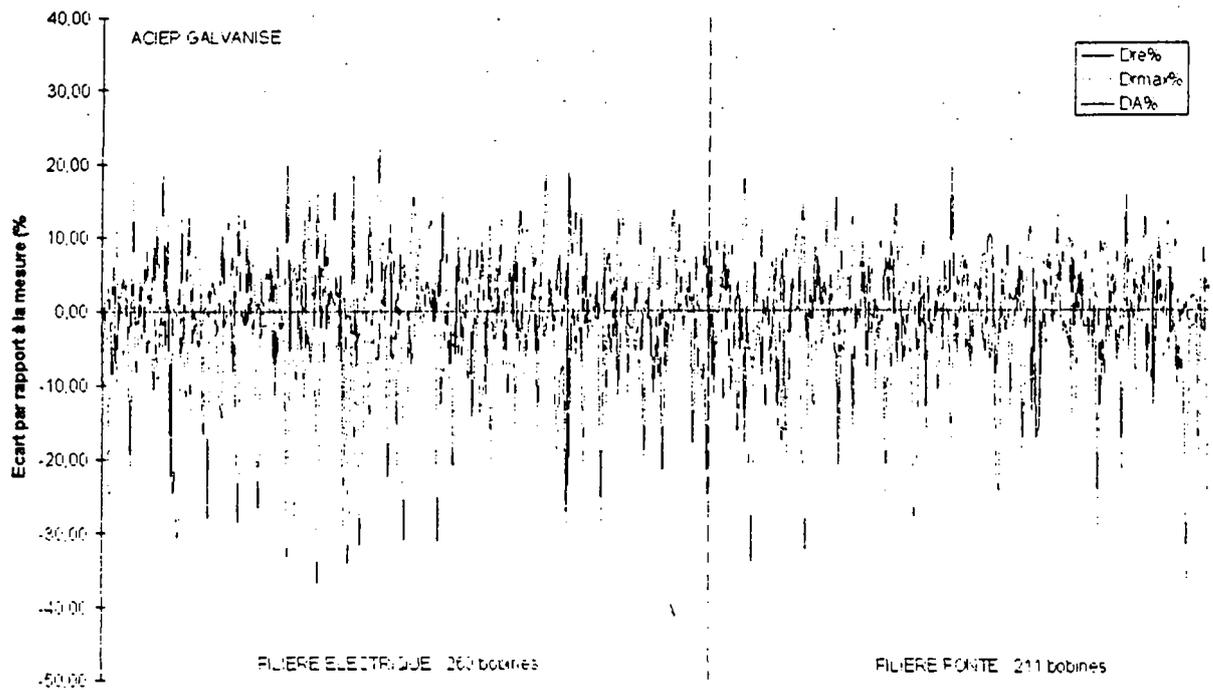


Figure 126 : Ecart entre les valeurs calculées de Re, Rmax, A% calculées par la régression et la mesure pour l'acier galvanisé pour chaque individu de la base de données

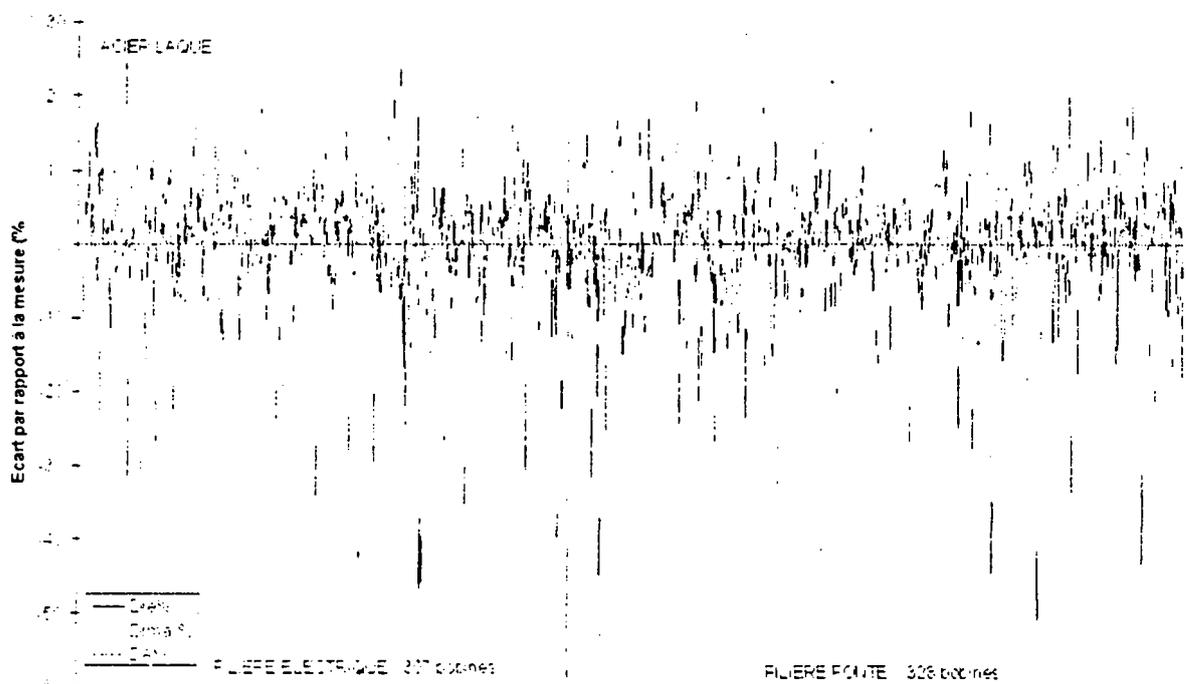


Figure 127 : Ecart entre les valeurs calculées de Re, Rmax, A% calculées par la régression et la mesure pour l'acier laqué pour chaque individu de la base de données

On remarque que les coefficients de corrélation des différentes régressions sont au mieux de l'ordre de 0,7 (cas de R_e et R_{max} pour l'acier galvanisé) et au pire inférieurs à 0,5 (cas de $A\%$ pour l'acier galvanisé et pour l'acier laqué ou de A_p pour l'acier laqué). Ceci conduit naturellement à s'interroger sur la validité des lois de régression obtenues. D'abord, le choix d'un modèle linéaire conduit forcément à une évolution monotone qui est très probablement plus ou moins éloignée de l'influence réelle de tel ou tel paramètre. D'autre part, les interactions probables entre éléments chimiques ont été négligées comme nous l'avons déjà souligné. Nous allons pourtant voir que ces lois nous permettent toutefois de qualifier l'influence des éléments chimiques dans le comportement de l'acier filière électrique.

III. 23. 3 - Validation des lois de régression par comparaison avec les résultats expérimentaux

L'analyse statistique de la base de données a déterminé des équations donnant l'évolution des caractéristiques mécaniques R_e , R_{max} , $A\%$ et A_p en fonction des variables taux de réduction et composition chimique. Il est important maintenant de valider la pertinence de ces lois de régression. Pour cela, nous avons reporté les régressions obtenues dans la base informatique et nous les avons appliquées à chacun des individus de la base. L'objectif est ici de comparer, pour chaque individu, le résultat des caractéristiques mécaniques obtenues par calcul avec les valeurs expérimentales et de définir ainsi l'écart entre l'estimation statistique et la réalité.

Les figures 126 et 127 présentent les écarts donnés en % entre le calcul et la mesure pour R_e , R_{max} et $A\%$, et ceci pour l'acier galvanisé et pour l'acier laqué. Pour les deux filières, l'écart entre le calcul et la mesure est d'au maximum +/- 10% sur R_e et R_{max} . L'allongement à la rupture présente néanmoins pour certains points des écarts beaucoup plus importants. L'explication est à rapprocher du fait que l'allongement à la rupture est le paramètre le plus sensible aux conditions expérimentales de l'essai de traction et donc le plus soumis aux erreurs de mesure. En ce qui concerne l'estimation sur la longueur du palier A_p réalisée en utilisant la loi de régression, elle est beaucoup plus éloignée de la réalité des mesures, aussi bien pour les aciers galvanisés que laqués ; nous ne l'avons pas reprise dans les figures.

On peut ainsi considérer que, pour la limite d'élasticité R_e , la résistance à la traction R_{max} et, dans une moindre mesure l'allongement à la rupture $A\%$, les lois de régression déterminées par l'analyse statistique sont assez bien représentatives des mesures. Concernant la longueur du palier, les lois de régression pour l'acier galvanisé et pour l'acier laqué sont moins représentatives des mesures. Pour cette variable A_p , plus que pour toute autre, on peut penser que la notion d'interaction entre éléments chimiques est importante et le fait d'avoir négligé ce paramètre nous conduit sans doute à des estimations erronées.

III. 24 - Analyse métallurgique des résultats de l'étude statistique

Nous allons maintenant discuter du rôle de chacun des éléments chimiques sur les caractéristiques mécaniques finales du produit en prenant comme hypothèse restrictive le fait que chacun de ces éléments agit individuellement. Notre objectif ici est de comprendre quels éléments vont agir de façon significative sur les propriétés mécaniques finales du produit et la façon dont cette influence va s'exercer.

Pour cela, nous avons calculé successivement, en utilisant les lois de régression, l'effet sur R_e , R_{max} , $A\%$ et A_p d'une variation donnée de chaque variable indépendante prise séparément, les autres variables indépendantes étant maintenues constante pour une bobine type galvanisée et de même pour une bobine type laquée.

III. 24. 1 - Cas de l'acier galvanisé

La première ligne du *tableau 128* rassemble les caractéristiques mécaniques de la bobine type calculées grâce aux lois de régression. Les lignes suivantes du tableau donnent successivement l'influence sur les caractéristiques R_e , R_{max} , $A\%$ et A_p d'une addition d'un seul élément d'alliage (+ 0,01% quand il s'agit de C, Mn, Al, Cu, Ni, Cr, + 0,001 % quand il s'agit de N), puis d'une augmentation du taux de réduction seul (+ 10 %) ; pour chaque calcul, les valeurs des autres variables indépendantes restant celles de la bobine type. Nous avons quantifié l'influence sur les variables dépendantes par les écarts relatifs en % définis par :

$$DV = (V(X+ dx) - V(X)) / V(X)$$

avec V : variable dépendante (respectivement R_e , R_{max} , $A\%$, A_p)

X : variable indépendante considérée (C, Mn, Al, N, Cu, Ni, Cr ou %Red)

dx : incrément considéré de la variable indépendante

	Re calculé	DRe %	Rmax calculé	Drmax %	A% calculé	DA %	Ap calculé	DAP%
bobine type	328,00		391,00		32,00		3,60	
+0,01%C	328,00	0,00	395,20	1,07	31,61	-1,22	3,41	-5,28
+0,01%Mn	329,00	0,30	391,58	0,15	32,00	0,00	3,60	0,00
+0,01%Al	328,00	0,00	391,00	0,00	32,00	0,00	3,60	0,00
+0,001%N	331,17	0,97	394,65	0,93	31,66	-1,06	3,60	0,00
+0,01%Cu	329,20	0,37	391,83	0,21	32,13	0,41	3,69	2,42
+0,01%Ni	328,00	0,00	391,00	0,00	32,00	0,00	3,60	0,00
+0,01%Cr	328,00	0,00	391,00	0,00	32,00	0,00	3,37	-6,39
+10% RED	348,60	6,28	398,30	1,87	31,17	-2,59	5,70	58,33

Tableau 128 : Evolution des caractéristiques mécaniques de l'acier galvanisé sous l'effet d'une variation de chaque variable indépendante prise en compte par les lois de régression

Une première analyse de ce tableau montre que :

- la limite d'élasticité augmente quand les teneurs en cuivre, manganèse, azote et le taux de réduction augmentent.
- la résistance à la traction augmente quand les teneurs en carbone, azote, manganèse, cuivre et le taux de réduction augmentent.
- l'allongement à la rupture diminue lorsque les teneurs en carbone, azote et le taux de réduction augmentent, mais augmente avec la teneur en cuivre,
- la longueur du palier diminue quand les teneurs en carbone et chrome augmentent mais augmente avec la teneur en cuivre et le taux de réduction.

Concernant le rôle du taux de réduction, nous avons déjà expliqué l'effet durcisseur, visible par l'augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction par la réduction de la taille des grains suivant la loi de HALL-PETCH : $\sigma_y = \sigma_i + k_y d^{-1/2}$ [WIL68]. En effet, l'augmentation du taux de réduction entraîne une augmentation du nombre de sites de germination dans la matrice écrouie, aboutissant à une structure de grains recristallisés plus petits. L'augmentation de la longueur du palier est liée à une diminution du diamètre moyen des grains suivant la description qu'en a fait JAOUÏ [JAO65]. Malheureusement, les explications proposées sur ce point sont discutables et datent un peu. L. KUBIN [KUB88] et H. LOUCHE [LOU98] qui travaillent plus précisément sur ce sujet, nous ont confirmé la faible richesse de la bibliographie et l'absence d'une théorie éprouvée sur le lien entre la taille des grains et la longueur du palier à la limite d'élasticité. Concernant la réduction de l'allongement à la rupture lorsque le taux de réduction augmente, ce phénomène est

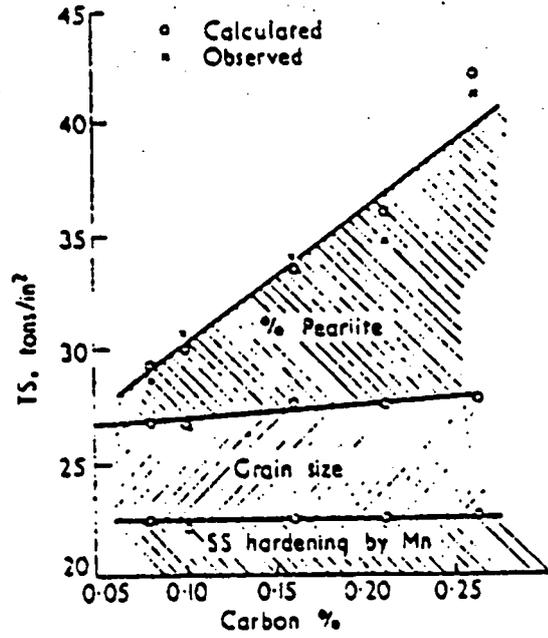


Figure 129 : Effet de la teneur en carbone sur la résistance à la traction de l'acier à 0.1% de manganèse [PIC63]

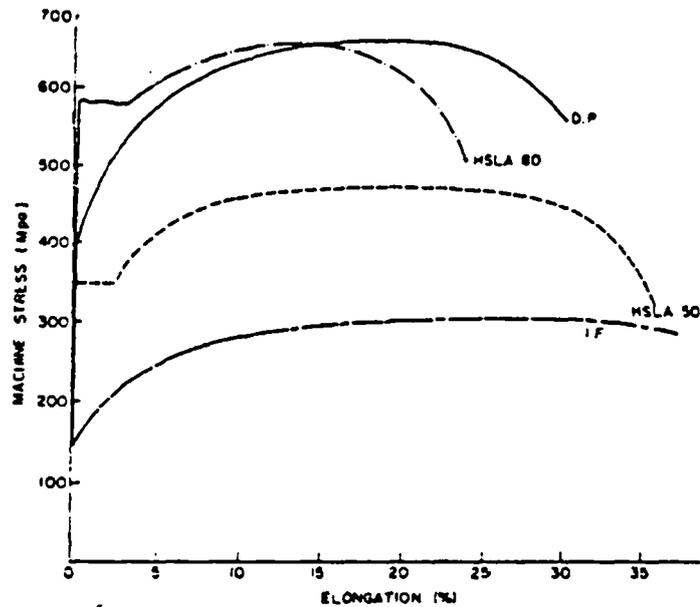


Figure 130 : Longueur du palier à la limite d'élasticité pour différents aciers [WAD80]

apparemment en contradiction avec la loi de HALL-PETCH. Elle serait peut-être à attribuer à la difficulté de préparation des éprouvettes de traction dans les tôles les plus fines (épaisseur inférieure à 0,4 mm), et donc pour les taux de réduction les plus importants.

Une augmentation de la teneur en carbone par rapport à la composition chimique type entraîne une augmentation de la résistance à la traction et une réduction de la longueur du palier et de l'allongement à la rupture. Ces trois variations simultanées tendent à montrer que le carbone agit ici non pas sous forme d'interstitiel mais par l'intermédiaire de la perlite. La présence de perlite intervient sur le durcissement de l'acier comme l'ont montré PICKERING et GLADMAN dans leurs travaux sur le durcissement de l'acier dont la *figure 129* est extraite [PIC63]. La présence de carbone sous forme interstitielle n'aurait pas d'influence sur l'allongement à la rupture, par contre la perlite est connue pour réduire la ductilité de l'acier. De plus, concernant la réduction de la longueur du palier, il semble que le développement des bandes de Lüders et donc du palier soit réduit par la présence de perlite. On peut observer ce phénomène lorsque l'on compare les courbes contrainte-déformation (*figure 130*) présentées dans l'article de E. WADDINGTON et al [WAD80]. On voit que la longueur du palier pour l'acier HSLA50 (ferrite) est supérieure à la longueur du palier obtenue pour l'acier HSLA80 (ferrite et perlite). Quant à l'absence remarquable du carbone dans la loi de régression de R_e , nous l'attribuons à la faible variabilité de ce paramètre dans la base de données, insuffisante pour faire apparaître l'influence de la teneur en carbone sur la limite d'élasticité pourtant bien connue.

Le manganèse a un effet durcisseur aussi bien sur la limite d'élasticité que sur la résistance à la traction. Il n'a par contre aucun effet sur l'allongement à la rupture et sur la longueur du palier. Le manganèse agit suivant deux modes différents : par effet de solution solide de substitution, et par son caractère gammagène, en réduisant la taille des grains de ferrite sous l'effet de la réduction de la température de transition austénite/ferrite lors du laminage à chaud. Cette structure composée de grains plus petits de l'acier est maintenue après laminage à froid et recuit. Ces deux modes d'action du manganèse n'ont par contre pas d'effet sur l'allongement à la rupture. Suivant le principe annoncé par JAOUËL, la réduction de la taille des grains de ferrite devrait conduire à une augmentation de la longueur du palier. Donc, étant donné l'absence d'influence de Mn sur la longueur du palier, nous supposons que le

durcissement de l'acier galvanisé est principalement lié à la présence de manganèse en solution solide dans la ferrite ou dans la cémentite.

Une augmentation de la teneur en azote entraîne une augmentation de la limite d'élasticité, de la résistance à la traction et une réduction de l'allongement à la rupture. Considérant que l'acier galvanisé n'a pas subi le phénomène de vieillissement, l'azote a un effet durcisseur par solution solide interstitielle mais aussi par les différents nitrures pouvant se former lors du travail à chaud de l'acier et dans ce cas pouvant avoir une action fragilisante aux joints de grains responsable de la réduction de l'allongement à la rupture.

Le cuivre, dont la teneur reste inférieure à 0,5 %, a un effet durcisseur par solution solide de substitution. Au-delà de cette teneur, la bibliographie annonce plutôt un comportement par précipitation [WAD83] [TOM94]. En accord avec le phénomène métallurgique, l'augmentation de la teneur en cuivre par rapport à la composition type de l'acier induit une augmentation de la limite d'élasticité, de la résistance à la traction et une diminution de l'allongement à la rupture. Par contre, l'augmentation de la longueur du palier avec la teneur en cuivre n'est expliquée par les influences connues du cuivre dans l'acier.

Le chrome enfin apparaît dans nos résultats avoir un effet réducteur sur l'amplitude du palier à la limite d'élasticité. Le chrome est un élément alphagène et donc augmente la température de transition austénite/ferrite et donc la possibilité d'obtenir une structure à grains plus gros. Mais dans ce cas, on peut penser que nous observerions un effet sur la limite d'élasticité ou la résistance à la traction. Le chrome est également un élément carburigène. Peut-on supposer que la précipitation de carbures de chromes puisse avoir un effet sur la longueur du palier sans durcissement de l'acier ? Nous n'avons pas suffisamment d'éléments ici pour pouvoir interpréter ce résultat.

En conclusion, on voit bien ici l'influence prépondérante, par rapport à tout autre facteur, du taux de réduction sur les caractéristiques mécaniques. On observe également dans une proportion moindre le rôle durcisseur du carbone, du manganèse, de l'azote et du cuivre. Si l'action du carbone et du manganèse semble relativement claire, il reste des ambiguïtés pour l'azote et le cuivre que nous ne pouvons pas lever ici. Concernant le chrome, nous n'avons

pas d'explication fondée quant à son influence sur les caractéristiques mécaniques de l'acier galvanisé. De tous les éléments résiduels pris en compte dans cette analyse, seuls le cuivre et le chrome apparaissent dans les lois de régression sur l'acier galvanisé, avec toutefois des rôles mineurs. Il faut noter que parmi les éléments résiduels rassemblés dans la base de données, le cuivre présente les plus fortes variations dans sa teneur.

III. 24. 2 - Cas de l'acier laqué

Nous avons appliqué la même procédure aux produits laqués que celle décrite précédemment pour l'acier galvanisé. Nous ne considérerons pas dans ce cas l'effet du taux de réduction en raison de la très faible variabilité de ce paramètre (de 75 à 85%) dans le cas de tôles laquées. Le calcul des propriétés mécaniques en utilisant lois de régressions linéaires et les écarts relatifs en % par rapport aux valeurs expérimentales sont les suivantes :

	Re calculé	DRe %	Rmax calculé	DRmax %	A% calculé	DA %	Ap calculé	DAP %
initial	379,00		399,00		33,00		12,00	
+0,01%C	379,00	0,00	402,70	0,93	33,60	1,82	11,63	-3,08
+0,01%Mn	378,60	-0,11	399,00	0,00	33,00	0,00	11,91	-0,78
+0,01%Al	379,00	0,00	399,00	0,00	33,00	0,00	12,00	0,00
+0,001%N	382,53	0,93	400,87	0,47	32,37	-1,91	11,80	-1,67
+0,01%Cu	380,60	0,42	399,88	0,22	33,00	0,00	12,00	0,00
+0,01%Ni	379,00	0,00	399,00	0,00	33,00	0,00	12,00	0,00
+0,01%Cr	379,00	0,00	399,00	0,00	33,00	0,00	12,00	0,00

Tableau 131 : Evolution des caractéristiques mécaniques de l'acier laqué sous l'effet d'une variation de chaque variable indépendante prise en compte par les lois de régression

Ces résultats calculés pour l'acier laqué mettent en évidence l'influence des variables indépendantes sur les propriétés mécaniques de l'acier après vieillissement. Par rapport aux résultats précédents sur l'acier galvanisé, on s'attend donc à retrouver ici l'influence des mêmes éléments sur les propriétés mécaniques de l'acier laqué ajouté à aux effets du vieillissement de l'acier.

Comme dans le cas précédent de l'acier galvanisé, on retrouve l'effet durcissant du carbone par la perlite qui se traduit par une augmentation de la résistance à la traction et une diminution de la longueur du palier. Quant à l'augmentation de l'allongement à la rupture lié à une augmentation de la teneur en carbone, elle est en totale contradiction avec les

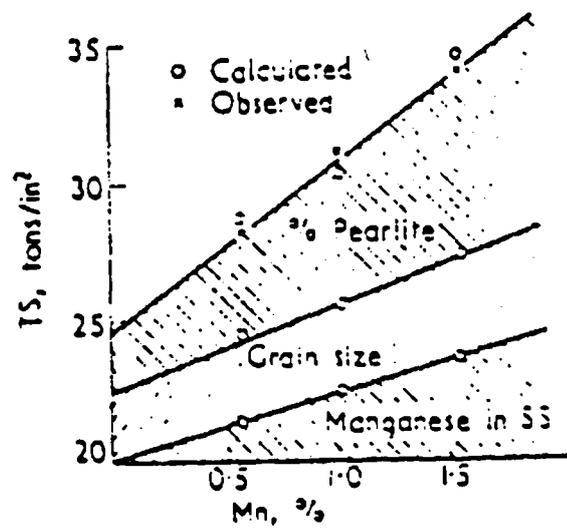


Figure 132 : Effet de la teneur en manganèse sur la résistance à la traction de l'acier à 0,1% de carbone [PIC63]

phénomènes métallurgiques connus et n'est pas en accord avec le résultat précédent sur les tôles galvanisée.

L'augmentation de la teneur en manganèse dans l'acier vieilli entraîne une diminution de la limite d'élasticité et de la longueur du palier. Le manganèse a donc pour effet de limiter le vieillissement de l'acier. L'augmentation en manganèse entraîne une diminution de la solubilité du carbone dans le fer et l'augmentation de la teneur en perlite comme le montre la *figure 132*, donc il y a ainsi moins de carbone libre disponible dans le réseau pour le vieillissement. De plus, comme le manganèse est un élément gammagène, il diminue en tant que tel le phénomène de vieillissement en abaissant la température de transformation austénite-ferrite, diminuant ainsi la solubilité du carbone dans la ferrite.

Comme dans le cas des aciers galvanisés, on retrouve l'azote comme élément durcissant. De plus, étant élément interstitiel, il favorise le vieillissement de l'acier. En effet, si on compare les coefficients de l'azote dans les régressions obtenues pour l'acier galvanisé et pour l'acier laqué, on voit que si pour l'acier galvanisé, le durcissement lié à l'azote est de même amplitude pour R_e et R_{max} (coefficient respectivement de 3,17 et 3,65), cette amplitude est presque doublée pour le R_e des aciers laqués (coefficient de 3,53 pour R_e et 1,87 pour R_{max}). De même, la comparaison des coefficients de l'azote dans la régression donnant A% montre un effet réducteur sur l'allongement à la rupture plus important dans le cas des aciers laqués. On voit ici que l'effet durcisseur de l'azote par les nitrures est amplifié par la présence d'azote libre disponible pour le vieillissement. La régression donne à l'azote un rôle réducteur sur la longueur du palier sans que nous ayons une explication métallurgique.

Comme pour l'acier galvanisé, on voit que l'augmentation de la teneur en cuivre entraîne une augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction (à noter que les coefficients du cuivre intervenant dans les différentes régressions sont relativement équivalents entre R_e de l'acier galvanisé et de l'acier laqué et R_{max} de l'acier galvanisé et de l'acier laqué). Par contre l'effet sur l'allongement à la rupture et la longueur du palier observé dans le cas de l'acier galvanisé ne se retrouve pas pour l'acier laqué. Le cuivre ne semble donc pas avoir d'effet sur le vieillissement de l'acier.

En conclusion, on retrouve l'effet de vieillissement de l'acier après laquage en calculant les caractéristiques mécaniques par les lois de régression. On obtient en effet,

$$Re (\text{laqué}) > Re (\text{galvanisé})$$

$$R_{\max} (\text{laqué}) > R_{\max} (\text{galvanisé})$$

$$A\% (\text{laqué}) < A\% (\text{galvanisé})$$

$$A_p (\text{laqué}) > A_p (\text{galvanisé})$$

De plus, pour faire le lien avec l'aptitude au formage des tôles minces, nous pouvons remarquer que Re/R_{\max} (laqué) est supérieur à Re / R_{\max} (galvanisé), ce qui traduirait un meilleur comportement à l'emboutissage des tôles laquées par rapport aux tôles galvanisées.

En rapprochant les coefficients des différents éléments intervenant dans les lois de régression de l'acier galvanisé et de l'acier laqué, nous pouvons ainsi mettre en évidence l'effet des éléments sur le vieillissement. Ainsi, le cuivre ne paraît pas avoir d'influence notable sur le vieillissement de l'acier. On met bien en évidence le durcissement lié au vieillissement de l'acier par la présence d'azote libre qui se traduit par une augmentation de la limite d'élasticité, de la résistance à la traction et une diminution de l'allongement à la rupture. Seul le manganèse permet de réduire le phénomène de vieillissement.

III. 25 - Synthèse de l'étude statistique

Grâce à cette étude statistique, nous avons pu mettre en évidence les différences de comportement mécanique entre l'acier filière fonte et l'acier filière électrique, et faire ressortir l'influence du taux de réduction et de la composition chimique. Nous avons vu l'importance du taux de réduction sur les propriétés mécaniques finales du produit, mais nous avons également démontré que celui-ci n'expliquait pas la différence entre les deux modes d'élaboration de l'acier. Le manganèse, l'azote, le cuivre et le chrome, en quantité plus importante dans l'acier filière électrique, augmentent la limite d'élasticité, la résistance à la traction et diminuent l'allongement à la rupture. Pourtant, de tous ces éléments, les plus redoutés initialement avant le début de cette étude, c'est à dire les résiduels (pour une teneur totale inférieure à 0,4%), se révèlent avoir l'influence la plus négligeable sur les caractéristiques finales de l'acier galvanisé laqué. Le manganèse, mais surtout l'azote, sont à

l'origine de la plus grande partie de l'écart existant entre les propriétés mécaniques de la filière fonte et de la filière électrique.

CONCLUSION DE LA 2^{ème} PARTIE

Après avoir dressé le tableau des enjeux industriels et économiques liés à l'élaboration de l'acier par la filière électrique, nous avons étudié, dans le contexte industriel de MYRIAD, l'impact de l'utilisation d'acier filière électrique pour chaque étape du procédé de transformation des tôles minces et sur les propriétés finales du produit, en comparaison avec l'utilisation d'acier filière fonte.

Nous avons ainsi montré que l'utilisation de l'acier filière électrique était, aux yeux du transformateur, totalement "transparente" pour le décapage, la galvanisation et le laquage. Par contre, des modifications de certains paramètres de process voire des restrictions sur la teneur en éléments résiduels ont été nécessaires pour conserver des conditions de production optimales dans le cas du laminage à froid et du recuit.

Les tôles minces galvanisées et laquées en acier filière électrique se caractérisent par une limite d'élasticité et une résistance à la traction plus élevées, ainsi qu'un allongement à la rupture légèrement plus faible par rapport à l'acier filière fonte.

Plusieurs voies sont proposées pour obtenir avec l'acier filière électrique des propriétés mécaniques équivalentes à celles de l'acier filière fonte, à savoir :

- augmenter la température de bobinage après le laminage à chaud,
- réduire la teneur en manganèse,
- maîtriser plus précisément la teneur en azote et enfin,
- maintenir une fourchette raisonnable en éléments résiduels pour les taux de réduction supérieurs ou égaux à 80%, ou travailler avec des taux de réduction de 75% au maximum lors du laminage à froid.

BIBLIOGRAPHIE 2^{ème} PARTIE

(La bibliographie est donnée suivant l'ordre alphabétique)

- [ABR60] - E.P. ABRAMSON, B.S. BLAKENEY
The effect of dilute transition element additions on
the recrystallization of iron
Transactions of the metallurgical society of AIME,
vol.218, p.1101-04, december 1960
- [AME96] - G. AMEDRO
L'avenir de la filière électrique : un propos de Guy
Amedro devant les membres du SNF
Recyclage/Récupération, 15 mars 1996
- [AMI80] - B. AMIOT
Contribution à l'étude de la déformation des tôles
minces d'acier extra-doux par un léger laminage à
froid
Thèse, Université de Reims, septembre 1980
- [AUB75] - Ph. AUBRUN, P. ROCQUET
Recristallisation d'aciers extra-doux contenant du
cuivre et laminés à froid
Mémoires Scientifiques Revue Métallurgie, p.1-7,
janvier 1975
- [AUB81] - Ph. AUBRUN
Influence d'éléments résiduels sur les
caractéristiques mécaniques d'aciers extra-doux
pour emboutissage profond
ZEZB 15, Stev.2, 1981
- [AYE95] - P. AYED, C. BARBAZANGES, F.
LEMIERE
Aciérie électrique
Les techniques de l'ingénieur, M7 700, 1995
- [BAI62] - J.E. BAILEY, P.B. HIRSCH
The recrystallization process in some
polycrystalline metals
Proc. Roy. Soc. 267A 11, 1962
- [BAI95/1] - Y. BAISE, Dr. ARLT, P.
SALAMONE, P. SELVAIS
The new electric arc furnace at Boël steelplant
5th European Electric Steel Congress, Paris, june
19-23, 1995
- [BAI95/2] - G. BAILLET
Pourquoi un nouveau référentiel ferrailles ?
La Revue de métallurgie - CIT, p. 1187-1194,
octobre-novembre 1995
- [BEG79] - Ph. BEGOU, T. HERSANT, Y.
MEYZAUD
Etude quantitative de la germination de la
recristallisation d'une tôle mince d'acier extra-doux
effervescent
Memoires Scientifiques Revue de Métallurgie,
p.63-66, janvier 1979
- [BEG92] - M. BEGUERE - N. COUE
Méthodes statistiques appliquées à l'analyse de la
qualité des matériaux
Pratique des matériaux industriels, Les référentiels
Dunod, Novembre 1992
- [BEN64] - J. BENARD, J. PAIDASSI
L'oxydation des métaux - Paris - Gauthier Villars
Editeur - 1964

- [BEN91] - J. BENARD, A. MICHEL, J. PHILIBERT, J. TALBOT
Métallurgie générale
2° édition, Masson 1991
- [BIR94] - J.P. BIRAT, D. HUIN, X. LE COQ, F. LEMIERE, M. MORIAMEZ, J.L. ROTH, P. RUSSO
Qualité, préparation et prétraitement des ferrailles :
situation actuelle et prospective
La Revue de Métallurgie, ATS, p.58-59, JS 1994
- [BIR95] - J.P. BIRAT, J.L. ROTH
Le recyclage des tôles prérevêtues
Galvano - Organo- Traitements de Surface, n°655,
p.390-392, avril 1995
- [BRO96] - N. BROLL
Caractérisation de solides cristallisés par diffraction
X.
Les Techniques de l'Ingénieur, Tome I, fasc.
P1080, 1996
- [CAH70] - R. W. CAHN
Recovery and recrystallization
Physical Metallurgy, chap.19, p.1129-97, NHPC,
New York, 1970
- [CHA93] - A. M. CHAZE
Evolutions microstructurales au cours de
traitements thermomécaniques : mécanismes -
Caractérisation - Modèles - Applications
industrielles
Colloque CEMEF Sophia Antipolis, 18-19
novembre 1993
- [CHR98] - A. CHRYSOCHOOS, H.LOUCHE
Analyse thermographique des mécanismes de
localisation dans des aciers doux
C. R. Acad. Sci. Paris, t.326, Série Iib, p.345-352,
1998
- [CON90] - M. CONFENTE
Défauts et calamines - Cas des trains à produits
longs
Séminaire « maîtrise de la calamine », 19-21 juin
1990, CESSID
- [DAR97] - M.G. DARRIEULAT, J.H. DRIVER
Introduction au thème : les hétérogénéités de
déformation plastique : aspects microscopiques et
macroscopiques
La Revue de métallurgie - CIT/ Science et Génie
des Matériaux, p.1011- 1019, septembre 1997
- [DEM] - B. DEMOULIN
Processus aléatoire
Les Techniques de l'Ingénieur, Traité Mesures et
contrôle, vol. R11, n°R210
- [DHA94] - R. D'HAEYER, J. DEFOURNY, V.
LEROY, T. HOOGENDOORN, J.P. BIRAT, H.J.
GRABKE
Tramp elements in flat products
Metal Science, CRM, ECSC study work 7210-
ZZ/555, Avril 1994
- [DUN87] - M. DUNAND, L. ROESCH
Influence des éléments résiduels sur la tréfilabilité
d'aciers extra-doux
Revue de Métallurgie - CIT, p.471-482, juin 1987

- [DUN96] - D.P. DUNNE, S.S. GHASEMI
BANADKOUKI, D. YU
Isothermal transformation products in a Cu-bearing
high strength low alloy steel
ISIJ International, vol.36, n°3, p.324-333, 1996
- [EN142] -
Tôles et bandes en acier doux galvanisées à chaud
et en continu pour formage à froid
Norme EN 10 142, avril 1991
- [GAL83] - F. GALDON
Aspects fondamentaux de l'oxydation du fer et des
aciers
Séminaire « Le décapage des produits plats » -
CESSID, octobre 1983
- [GAU95] - J.P. GAUDARD
Recyclage : l'Europe met de l'ordre dans ses
ferrailles
L'Usine Nouvelle, n°2510, 6 juillet 1995
- [GLA89] - B.M. GLASGAL
Some practical and economic aspects of residual
element control in engineered bar products
Residual and Unspecified Elements in Steel, ASTM
STP 1042, A.S. Melilli and G. Nisbett, Eds,
American Society for Testing and Materials,
Philadelphia, 1989, p. 26-37
- [GRA95] - H.J. GRABKE, V. LEROY, H.
VIEFHAUS
Ségrégation on the surface of steels in heat
treatment and oxidation
ISIJ International, vol. 35, n°2, 1995, p.95-113
- [GRO42] - M.A. GROSSMANN
Hardenability calculated from chemical
composition
Metal Technology Meeting, New York, p.227-259,
février 1942
- [GRO94/1] - B. GROS
Recyclage et écobilan
Le livre de l'acier, Chap.9, p.46-61, Ed. Lavoisier,
1994
- [GRO94/2] - B. GROS
Valorisation des véhicules hors d'usage - Rôle de
l'acier
Galvano-Organo-Traitements de Surface, n°646,
p.413-419, mai 1994
- [GRU] - M. GRUMBACH
Vieillissement des aciers
Les Techniques de l'ingénieur, M235, p.1-21
- [GRU70] - M. GRUMBACH, G. SANZ
Le vieillissement après écrouissage des aciers
Rapport IRSID, P-28, février 1970
- [HID96] - T. HIDANI, K. TAKEMURA, R.O.
SUZUKI, K.ONO
Elimination of copper from molten steel by
ammonia gas blowing
Tetsu to Hagané, vol. 82, p. 135, 1996
- [HUI95] - D. HUIN, J.P. BIRAT, X. LE COQ, J.L.
ROTH, P. RUSSO, F. LERUMIERE
Scrap : quality, preparation and pretreatment.
Present and future
La Revue de Métallurgie - CIT, p.477-486, avril
1995

[HUN54] - B.B. HUNDY

Accelerated strain ageing of mild steel

Journal of the Iron and Steel Institute, p.34-38,
septembre 1954

[HUN56] - B.B. HUNDY

The strain-age hardening of mild steel

Metallurgia, p.203-211, mai 1956

[HUR71] - J.L. HURLEY, A.L. KITCHIN, R.R.

CRAWFORD

Cold forging of alloy steels

Metals Engineering Quarterly, p. 36-43, august
1971

[IMA97] - N. IMAI, N. KOMATSUBARA, K.

KUNISHIGE

Effect of Cu, Sn and Ni on hot workability of hot-
rolled mild steel

ISIJ International, vol.37, n°3, p.217-231, 1997

[JAO65] - B. JAOUL

Etude de la plasticité et application aux métaux

Ed. Dunod, Paris, 1965

[JI89] - N. JI

Application de l'analyse des profils de raies de
diffraction X pour caractériser l'état microstructural
et mécanique des matériaux métalliques

Thèse Mécanique et matériaux, ENSAM Paris,
septembre 1989

[KRE90] - C. KREMER, B. DEBYSER

La calamine de coulée continue - Mécanismes de
formation sur les outils

Séminaire « maîtrise de la calamine », 19-21 juin
1990, CESSID

[KOM97] - A. KOMATSU, A. ANDO, T.

KITTAKA

Influences of Cu in steel on the formation of alloy
layer in hot-dip galvanizing

ISIJ International, vol.37, n°3, p.283-289, 1997

[KUB88] - L.P. KUBIN, Y. ESTRIN

Strain nonuniformities and plastic instabilities

Revue Phys. Appl. 23, p. 573-583, 1988

[KUR91] - W. KURZ, J.P. MERCIER, G.

ZAMBELLI

Introduction à la science des matériaux

Presses Polytechniques et Universitaires Romandes,
1991

[LAN91] - V. LANTERI, H.GAYE, F. MOLIEXE

Comparison between HNX/pure hydrogen
annealing and continuous/batch annealing

La Revue de Métallurgie - CIT, p.879-893,
septembre 1991

[LEG97] - R. LE GALL

Fragilité intergranulaire et recristallisation

« la recristallisation dans les matériaux » Colloque
SF2M/ISITEM, Nantes, 06/02/97

[LEM95] - F. LEMIERE, G. BAILLET, G.

MOTIAMEZ, X. LE COQ, J.L. ROTH, P. RUSSO

Scrap quality control and optimum use in Usinor -
Sacilor 's EAF's.

5th European Electric Steel Congress, Paris, june
19-23, 1995

[LLE80] - D.T. LLEWELLYN, J.B. MARRIOT,
D.J. NAYLOR, G. THEWLIS
The effects of residual elements on the properties of
engineering steels
Phil. Trans. R. Soc. Lond. A295, p.69-85, 1980

[LUS96] -
Recyclage de l'acier : la chasse aux impuretés est
ouverte
L'Usine nouvelle, 3 octobre 1996

[LUS97] -
Recyclage : la longue marche vers l'objectif « zero
déchet »
L'Usine nouvelle, n°2611, p.78-82, 2 octobre 1997

[MAI98] -
Démolition auto : la métamorphose
MAIF Infos, 1998

[MAR96] - C. MARIQUE
Scrap recycling and production of high quality steel
grades in Europe
La revue de métallurgie - CIT, p.1377-1385,
novembre 1996

[MAT96] - K. MATSUMARA, M. SUSA, K.
NAGATA
Removal of copper from iron-based scraps by O₂-
Cl₂ gas mixtures
ISIJ International, vol.36, n°10, p.A-53, 1996

[MON96] - F. MONTHEILLET
Métallurgie en mise en forme
Les Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux
Métalliques, M600, 1996

[MOU75] - P. R. MOULD
Methods for producing high-strength cold-rolled
steel sheet
Metals Engineering Quarterly, p.22-31, august
1975

[NET86] - P. NETTER, F. GALDON, P.
CHEMELLE, D. LOISON, JC. CHARBONNIER
Influence des paramètres du recuit sur les quantités
enrichies et les phases formées en surface des tôles
d'acier extra-doux
IRSID, SCA 86/110 PN/MTH, CA P50/106,
septembre 1986

[NIL94] - P. NILLES
Quality aspects in near net shape casting
Metallurgical Plant and Technology International 3,
1994, p. 46-56

[OHT97] - H. OHTANI, H. SUDA, K. ISHIDA
Solid/liquid equilibria in Fe-Cu based ternary
systems
ISIJ International, vol.37, n°3, p.207-216, 1997

[OGA97] - Y. OGAWA, M. MATSUO, H.
KATAYAMA, H. HIRATA, Y. DEMOTO, Y.
MIZUKAMI
Removal of tin during scrap melting in a converter
with a thick layer of slag
ISIJ International, vol.37, n°6, p.A-28, 1997

[PAI57] - J. PAIDASSI
Contribution à l'étude de l'oxydation du fer dans
l'air dans l'intervalle 700-1250°C
Revue de Métallurgie, LIV, N°8, 1957, p.569-585

[PAR73] - P. PARNIERE

Recristallisation et texture des tôles minces d'acier extra-doux effervescent ou calmé à l'aluminium
Memoires Scientifiques Revue de métallurgie,
LXX, n°6, p.445-456, 1973

[PHI93] - J. PHILIBERT

L'oxydation à chaud des métaux
Revue de Métallurgie - CIT/ Science et Génie des
Matériaux, décembre 1993, p.1601-06

[PIC63] - F.B. PICKERING, T. GLADMAN

An investigation into some factors which control the
strength of carbon steels
BISRA ref.MG, Conf.23, 1963

[POI] - J. POIRIER

Observations statistiques - estimateurs et tests
d'hypothèses - Analyse de la variance et de la
régression, plans d'expérience.
Les Techniques de l'Ingénieur, Traité Mesures et
Contrôle, vol. R11, n° R240-260.

[POM55] - G. POMEY, CH. CRUSSARD

Etude des textures de laminage et de
recristallisation des tôles d'acier extra-doux
Revue de Métallurgie, LII, n°5, p. 401-417, 1955

[POM64] - G. POMEY, M. GRUMBACH, C.
CRUSSARD

Aspect des bandes de Piobert-Lüders sur des
éprouvettes en tôles d'acier extra-doux recouvertes
de vernis élastique
Mémoires Scientifiques Revue Métallurgie, n°4,
p.243-255, avril 1964

[QUA85] - D. QUANTIN

Le mécanisme du décapage
Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de
Métallurgie, p.537-557- octobre 1985

[REE] - R. E. REED-HILL

Physical Metallurgy Principles
University Series in Basic Engineering , Second
Edition.

[REG94] - B. REGAD, M. VIENNOT, D. DAVID,
S. LECOURT

Influence des éléments d'addition sur les premiers
stades de l'oxydation d'un acier faiblement allié
entre 600 et 800°C
Revue de Métallurgie/ Science et génie des
matériaux, p.1805-1813, décembre 1994

[ROB61] - W.J.S. ROBERTS

Strain-ageing of mild-steel flat-rolled products
Sheet Metal Industries, p.595-601, août 1961

[ROB97] - C. ROBISCHON

Métallurgie : Raoul-Lenoir trie tout
L'Usine Nouvelle, n°2604, 17 juillet 1997

[SAT96] - S.SATO, M. TAKEUSHI, Y.
MIZUKAMI, J.P. BIRAT

The Shinseiko project : a new environment friendly
steelmaking route based on scrap
La Revue de Métallurgie - CIT, p.473-483, avril
1996

[SEO97] - S.J SEO, K. ASAKURA, K. SHIBATA
Effect of 0,4% Si and 0,02% P additions on surface
hot shortness in 0,1%C - 0,5% Mn steels containing
0,5% Cu.

ISIJ International, vol.37, n°3, p.240-249, 1997

[STA95] - S. STAN, A. IANCU, E. MAZILU
The dynamics of residual elements in scrap used for
electric steelmaking
5th European Electric Steel Congress, Paris, june
19-23, 1995

[STE83] - E.T. STEPHENSON
Effect of recycling on residuels, processing and
properties of carbon and low alloy steels
Métallurgical Transactions A , vol.14A, mars 1983,
p.343-53

[STR83] - H. STRAUBE
Copper containing steels in modern steel making
ATB Metallurgie, vol.23, n°3, p. 5.1 - 5.29, 1983

[SY68] - A DE SY - J. VIDTS
Traité de métallurgie structurale théorique et
appliquée
Ed. DUNOD, 1968

[TAR56] - H.P. TARDIF, C.S. BALL
The effect of temper rolling on the strain-ageing of
low-carbon steel
Journal of the Iron and Steel Institute, p.9-19,
janvier 1956

[THI79] - Ph. THIERRY
Analyse des incompatibilités de déformation macro
et microscopiques résultant de différents
écrouissage à froid. Influence des paramètres
technologiques.
Thèse, Lyon I, novembre 1979

[TOM94] - Y. TOMITA, T. HAZE, N. SAITO, T.
TSUZUKI, Y. TOKUNAGA, K. OKAMOTO
Development of 590 MPa class high tensile
strength steel with superior HAZ toughness by
copper precipitation hardening
ISIJ International, vol.34, n°10, p.836-842, 1994

[TRU94] - E. TRUFFAUT
Contribution du manganèse au développement
historique de la sidérurgie : aspects techniques
La Revue de Métallurgie - CIT, p.1703-1719,
novembre 1994

[VAL85] - J.A. VALLOMY
Adverse effects of tramp elements on steel
processing and product
Industrial Heating, p.34-38, juin 1985

[WAD83] - H. WADA, Y. HOUBAERT, J.
PENNING, J. DILEWIJNS
Strengthening effects of copper in steel
C.I.M.N.E. 1983

[WAD80] - E. WADDINGTON, R.M. HOBBS,
J.L. DUNCAN
Comparison of a dual phase steel with other
formable grades
J. Applied Metal Working, vol.1, n°2, p.35-47,
American Society for Metals 1980

[WAG97] - F. WAGNER
Growth and technical developments in the steel
industry
La Revue de Métallurgie - CIT, p.35-46, janvier
1997

[WIL68] - D.V. WILSON

Grain-size dependence of discontinuous yielding in strain-aged steels

Acta Metallurgica, vol.16, p.743-753, mai 1968

[WOL86] - M. WOLF , H. SCHWABE

On tramp element control in electric steelmaking
2nd European Electric Steel Congress, Florence,
octobre 1986

[YAG89] - H. YAGUCHI, D. BHATTACHARYA,
M. YANASE

Effects of total residual content (Cu+Cr+Ni) on the
machinability of AISI 1215 Steel

Residual and unspecified elements in steel, ASTM
STP 1042, A.S. Melilli and E.G. Nisbett, Eds,
American Society for Testing and Materials,
Philadelphia, p.51-66, 1989

[YAM95] - T. YAMADA, M. ODA, O. AKISUE

Effects of copper, nickel, chromium and tin on
mechanical properties of titanium-bearing extra low
carbon steel sheets

ISIJ International, vol.35, n°11, p.1422-1429, 1995

CONCLUSION GENERALE



CONCLUSION GENERALE

Pendant quatre années riches en enseignements, nous avons suivi le développement de l'acier filière électrique dans le process industriel de MYRIAD. Des à-priori, des craintes, mais aussi des problèmes réels de production, nous ont obligé à nous pencher sur le comportement de ce type d'acier dont le mode d'élaboration modifie la composition chimique.

Nous avons ainsi observé et compris les raisons qui ont fait que si l'acier filière électrique ne posait aucun problème lors du décapage acide, de la galvanisation ou du laquage, il n'en est pas de même pour le laminage à froid et le recuit. Dans ces deux cas, des modifications des paramètres de process ainsi que des adaptations de la composition chimique de l'acier ont été nécessaires afin d'éviter de graves ennuis de production. Pour les transformateurs finaux de tôles minces en acier galvanisé prélaqué, l'utilisation d'acier filière électrique se traduit par un métal "plus dur" donc moins facile à mettre en forme même s'il est au demeurant légèrement moins vieillissant.

Toutefois, deux points ont réduit la portée de nos résultats. Tout d'abord, la fragilité du métal après laminage à froid, qui nous a obligé à imposer très rapidement dans la chronologie de l'étude, une teneur de 0,25% maximum d'éléments résiduels dans l'acier et par la même occasion a réduit la variabilité des éléments dans la base de donnée statistique. Ensuite, concernant l'analyse statistique et malgré le nombre important d'individus, l'utilisation d'un modèle linéaire ne permettant pas de tenir compte des interactions possibles entre variables a limité le caractère significatif des lois de régression.

Pourtant, l'intérêt de cette étude est d'avoir permis de classer parmi le taux de réduction et les éléments chimiques, les paramètres les plus influant sur le comportement mécanique final des tôles minces afin de définir les axes de futurs travaux qui permettront d'amener les propriétés mécaniques de l'acier filière électrique à des valeurs comparables à l'acier filière fonte. Nous avons ainsi montré que pour des teneurs parfaitement maîtrisées à l'enfournement des ferrailles (<0,4% total), l'influence des éléments résiduels devient

négligeable sur les caractéristiques finales des tôles minces revêtues. Par contre, les teneurs plus importantes en manganèse (>0,25% en moyenne), introduit historiquement en quantité plus importante dans l'acier filière électrique pour compenser une possible augmentation du soufre apporté par les ferrailles, sont en partie responsables du durcissement du métal. Quant à l'azote (>0,05% en moyenne), introduit massivement lors de la fusion par arc dans le four, il est le paramètre prédominant dans le durcissement final de l'acier filière électrique.

Grâce à cette étude, nous avons également défini le mode de préparation idéal des éprouvettes de traction et permis ainsi la modernisation de l'équipement de contrôle industriel de MYRIAD. Nous avons aussi fait le point sur les essais d'emboutissage et ajouté aux critères contrôlés habituellement en production, les notions de coefficient d'anisotropie et d'écrouissage à travers r_n et Re/R_{max} plus faciles à déterminer dans le cadre de contrôles industriels.

Nous avons également constaté que sur un sujet comme les bandes de Piobert - Lüders et le palier à la limite d'élasticité, connu depuis très longtemps, de nombreux points obscurs subsistent encore, comme l'influence de la taille des grains, les paramètres jouant sur la longueur du palier, la cinétique de développement des bandes. Tous ces points sont pourtant très importants pour comprendre les phénomènes de plis et de vermiculures qui handicapent fortement les opérations de mise en forme de l'acier doux.

Les enjeux économiques autour de la filière électrique sont très importants et on voit bien tout l'intérêt à maîtriser ce type d'acier tant lors de son élaboration que de sa transformation. Dans l'avenir, la filière électrique doit permettre d'obtenir des nuances d'acier doux dont les qualités mécaniques restent semblables à ce que la filière fonte produit couramment en respectant ces règles de production :

lors de l'élaboration de l'acier tout d'abord, maîtriser le procédé de fusion des ferrailles afin de limiter la quantité d'azote introduite dans le métal et réduire l'apport en manganèse,

lors du laminage à chaud, augmenter les températures de bobinage pour "adoucir" les propriétés mécaniques de l'acier,

lors du laminage à froid, trouver un compromis entre taux de réduction et teneur en éléments résiduels afin d'éviter une fragilité excessive de l'acier écroui,

lors du recuit de recristallisation, compenser l'effet des éléments résiduels sur la cinétique de recristallisation par des températures plus importantes.

ANNEXE

ANNEXE - RAPPELS DES PRINCIPES DE LA STATISTIQUE

Les méthodes statistiques s'appliquent à des séries de données obtenues par l'observation de caractéristiques sur un ensemble d'individus. Dans notre cas, les individus ou unités statistiques sont les bobines d'acier doux entrant dans le process de transformation de la FFM. L'ensemble des bobines, incluses dans la base de données sur laquelle sera réalisée les traitements statistiques, est appelé échantillon et représente une population de référence, en l'occurrence, toutes les bobines d'acier de nuance FeP02 qui sont utilisées à la FFM.

Les caractéristiques, composition chimiques, taux d'érouissage, propriétés mécaniques sont appelées variables. La donnée d'observation est le résultat de mesure de la variable considérée pour un individu de l'échantillon [BEG92].

1 - Estimation des caractéristiques d'une population à partir d'un échantillon

11 - Principe de l'échantillonnage et de l'estimation

Les phénomènes que l'on veut mettre en évidence par une étude statistique concernent une population. Mais, dans la majorité des cas, les observations ne concernent qu'un échantillon de cette population. Il est donc important d'extraire un échantillon représentatif de la population puis, à partir des observations faites sur cet échantillon, de conclure pour la population totale.

- Principe de l'échantillonnage :

Le mode d'échantillonnage que nous avons pratiqué est aussi le plus courant. C'est un échantillonnage aléatoire considérant que tous les individus de la population ont une probabilité égale d'appartenir à l'échantillon.

- La statistique inférentielle :

Elle permet, à partir d'observations faites sur un échantillon, de tirer des conclusions sur la population totale. Une des conséquences de cette démarche est que les conclusions pour une population totale ne sont pas sûres à 100%, puisque l'on observe pas la totalité des individus

de la population. On prend pour chaque conclusion un risque de se tromper dans la généralisation. Le résultat est une estimation de la vérité.

12 - Détection des valeurs aberrantes

Dans toute expérimentation, des erreurs accidentelles grossières peuvent s'introduire dans la série d'observation. La maîtrise des résultats statistiques dépend de la qualité des mesures. La qualité des mesures se définit par :

- la fidélité : c'est l'écart obtenu entre les résultats d'un procédé expérimental répété à plusieurs reprises dans des conditions déterminées,

- la justesse : c'est l'écart entre la valeur vraie à mesurer et la moyenne des résultats obtenus en répétant un procédé expérimental un certain nombre de fois.

En fait, les sources de variations sont au nombre de cinq à savoir, matériel, matière, main-d'oeuvre, méthode et milieu. Il est donc important pour obtenir des mesures fidèles de fixer et de respecter un protocole de mesure rigoureux.

2 - La méthode statistique

21 - Définition de l'ensemble statistique

L'analyse du comportement d'un grand nombre d'individus nécessite de définir globalement l'ensemble statistique. Elle consiste à représenter la variable considérée en fonction des fréquences d'apparition pour chaque individu et permet ainsi de mettre en évidence la distribution des valeurs et en particulier :

- la présence de valeurs suspectes,
- la présence de plusieurs sous-populations,
- les valeurs minimales et maximales,
- l'allure et la symétrie de la distribution,
- la valeur ou la classe la plus fréquente ou représentative,
- la possibilité de comparaison avec d'autres distributions.

Les variations d'une série de données se caractérisent par les informations concernant la tendance centrale et la dispersion des valeurs. Parmi ces deux types d'informations, nous citerons :

la moyenne :

$$\bar{x} = 1/n \sum x_j$$

elle donne une approximation numérique de la valeur autour de laquelle s'organisent les résultats de mesure.

la médiane :

partage en deux moitiés la série de données. Cette information est intéressante lorsque la distribution présente une dissymétrie ou des valeurs non fiables en extrémité.

La variance :

$s^2 = \sum (x_j - \bar{x})^2 / n-1$ (définit pour un échantillon de n individus)
elle caractérise la dispersion d'une variable aléatoire autour de sa valeur moyenne.

l'écart - type :

$\sqrt{\text{variance}}$

ou écart quadratique moyen (standard deviation std), c'est l'écart des divers mesures par rapport à la tendance centrale. Si ce paramètre est grand, les résultats sont très dispersés.

l'étendue :

$w = \text{valeur max} - \text{valeur min}$

la distribution de fréquences

dans le cas de variables continues, on l'appelle distribution de probabilité ou loi de probabilité. Elle peut être approchée par des lois mathématiques dont la vocation est de simuler le comportement statistique de mesures :

soit la distribution fait apparaître un maximum au voisinage d'une valeur moyenne : c'est la distribution de Gauss

soit les probabilités dominantes de la distribution correspondent aux très faibles valeurs de cette grandeur : c'est la distribution de Poisson.

Les variations ont toujours une part de causes aléatoires c'est à dire des causes non contrôlées, pas toujours identifiées, intervenant simultanément de manière aléatoire. Dans certains cas, on peut aussi identifier des causes systématiques ou une dérive liée à l'apparition progressive ou à l'évolution d'une cause. Il ne faut pas oublier de tenir compte dans la variabilité des erreurs d'observation liées au procédé de mesure.

22 - Analyse de la variance

L'analyse de la variance est l'outil statistique privilégié qui permet de déterminer si une variable influence les résultats de mesure.

Soit B le facteur contrôlé, vis à vis duquel on souhaite prendre une décision, soit R la variation résiduelle, variation constatée indépendamment de tout effet du facteur contrôlé B, soit T la variation totale, on appelle variation interclasse : $A = T - R$.

Soient V_A et V_R , les variance associées à la variation interclasse A et à la variation résiduelle :

si $V_A/V_R \leq F_\alpha$ probabilité pour que la variable soit définie au seuil α près, α étant le risque consenti, alors le facteur contrôlé n'exerce pas d'influence significative sur les résultats de la mesure,

si $V_A/V_R > F_\alpha$, il y a une influence significative du facteur contrôle sur les résultats de la mesure.

Le nombre de variables indépendantes suffisantes pour décrire le système statistique est appelé degré de liberté.

Dans certains cas, il existe des interactions entre les variables. Une variation importante de cette interaction peut apparaître même si la contribution des facteurs pris indépendamment est faible devant R. Cela montre alors que les facteurs contrôlés peuvent interagir significativement alors même que ni l'un ni l'autre n'agissent seuls significativement.

Le coefficient de corrélation caractérise la dépendance statistique de deux variables. C'est une quantité sans dimension positive ou négative et en valeur absolue, inférieure ou égale à 1. Si le coefficient de corrélation est nul, les deux variables sont indépendantes, s'il est égal à 1 les variables sont reliées à une fonction linéaire.

Quand des variables sont liées par une relation analytique, il existe alors une courbe de régression, modèle mathématique qui permet d'estimer les valeurs d'une variable dite variable dépendante en fonction des autres variables dites indépendantes. L'analyse de la régression reprend les mêmes conditions pour la variance de la régression que celles déjà exprimées dans le cas de l'analyse de la variance d'un facteur contrôlé.

RESUME en français

Il existe aujourd'hui deux modes d'élaboration de l'acier, la filière haut-fourneau utilisant le minerai de fer et la filière électrique utilisant les ferrailles. Les aciers électriques élaborés à partir des ferrailles présentent des teneurs en éléments résiduels (cuivre, nickel, chrome) et en azote supérieures à ce que l'on observe dans le cas des aciers élaborés par la filière haut-fourneau. L'objet de ces travaux consiste à analyser le comportement de tels aciers lors de la transformation par les différents outils de production industriels (décapage, laminage à froid, galvanisation et laquage) ainsi que les propriétés mécaniques finales des tôles galvanisées et laquées.

Nous avons donc décrit l'impact de l'acier filière électrique sur : l'aptitude au décapage, le comportement au laminage à froid, le recuit de recristallisation, la galvanisation, le vieillissement de l'acier.

Nous avons également analysé grâce à une étude statistique sur un échantillonnage important de résultats issus de l'essai de traction l'influence des critères taux de réduction et composition chimique sur les caractéristiques mécaniques des tôles minces revêtues.

Dans le but de valider les résultats issus de l'essai de traction, nous avons comparé l'influence du mode de préparation des éprouvettes (poinçonnage, fraisage, découpe par laser, jet d'eau et électroérosion) sur les résultats mécaniques tels que la limite d'élasticité, la résistance à la traction et l'allongement à la rupture permettant ainsi dans l'étude statistique de s'affranchir des erreurs de mesures liées à la préparation des éprouvettes de traction.

TITRE en anglais

EFFECTS OF THE STEELMAKING PROCESS (BLAST FURNACE OR ELECTRIC FURNACE) ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF GALVANIZED AND PREPAINTED LOW-CARBON STEEL SHEET

RESUME en anglais

The blast furnace and the electric furnace are two different ways of steelmaking. The electric furnace, using scrap, introduces tramp elements like copper, nickel and chromium and higher levels of nitrogen in low-carbon steel. This study has observed the effects of the steelmaking process on industrial processes : pickling, cold rolling, annealing, galvanizing, prepainting and the associated over-ageing.

With a statistical analyse performed on the tensile test results, we have analysed the effects of the cold reduction rate and the chemical composition on the mechanical properties of galvanized and prepainted low-carbon steel sheets.

We have also compared the influence of the machining process (stamping, milling, laser, water jet and electrolytic) on the tensile test results, such as the yield and tensile strength and also elongation at failure, to define the best machining process, which does not affect the measurement of a steel's mechanical properties.

MECANIQUE

MOTS-CLES

ACIER DOUX, FILIERE ELECTRIQUE, ELEMENTS RESIDUELS, PROPRIETES MECANQUES, EPROUVETTES DE TRACTION, MISE EN FORME, CALAMINE, ECROUISSAGE, RECUIT, VIEILLISSEMENT, REGRESSION LINEAIRE