



Titre: Caractérisation microstructurale et mécanique d'aciers à haute
résistance sujets à la galvanisation continue

Auteur: Paul Mosser
Author:

Date: 2018

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Mosser, P. (2018). Caractérisation microstructurale et mécanique d'aciers à haute
résistance sujets à la galvanisation continue [Mémoire de maîtrise, École
Citation: Polytechnique de Montréal]. PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/3080/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/3080/>
PolyPublie URL:

**Directeurs de
recherche:** Myriam Brochu
Advisors:

Programme: Génie métallurgique
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE ET MÉCANIQUE D'ACIERS À HAUTE
RÉSISTANCE SUJETS À LA GALVANISATION CONTINUE

PAUL MOSSER

DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

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

AVRIL 2018

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE ET MÉCANIQUE D'ACIERS À HAUTE
RÉSISTANCE SUJETS À LA GALVANISATION CONTINUE

présenté par : MOSSER Paul

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. HARVEY Jean-Philippe, Ph. D., président

Mme BROCHU Myriam, Ph. D., membre et directeur de recherche

M. FIHEY Jean-Luc, Ph. D., membre

REMERCIEMENTS

Je voudrais remercier le GAP (Galvanized Autobody Partnership), le CRSNG et Polytechnique Montréal qui ont rendu le projet possible et qui l'ont financé.

J'adresse aussi mes remerciements aux membres du jury d'avoir accepté de lire ce mémoire et pour leurs commentaires qui ont permis l'amélioration de ce travail.

Je voudrais remercier la Professeur Myriam Brochu pour son temps, ses conseils précieux et sa patience tout au long du projet. Je voudrais aussi remercier le Professeur Kyle Daun pour son enthousiasme, ses encouragements et ses corrections de mon anglais hésitant; Michel Dubois pour le partage de ses connaissances et ses réponses tout au long du projet; John Thomson grâce à qui tous les traitements thermiques du projet se sont bien déroulés à McMaster University; Josée Laviolette pour le soutien technique au laboratoire de métallurgie et pour les discussions permettant de faire passer la frustration d'un polissage ou une attaque ratés. Je voudrais remercier tout spécialement Nihad Ben Salah pour ses encouragements à débiter la maîtrise, pour ses cours express et moins express en métallurgie et pour ses réponses précises à mes questions imprécises.

Je voudrais remercier ma famille pour le soutien; les encouragements en toutes circonstances et sous format varié. Un GIGANTESQUE merci à mon père pour les discussions, ses conseils et ses corrections en direct, à distance, dans un bureau, sur un traversier, pour le fond comme pour la forme.

Ce projet est un travail d'équipe et il ne se serait pas aussi bien déroulé sans Quentin Somveille qui a aidé à avancer dans la compréhension et avec qui la conférence et le voyage au Japon s'est très bien passée.

Les trois années à l'université se sont déroulés grâce à la bonne ambiance du bureau, merci Cécile, Jihane, Meyssam, Paul, Quentin, Reza et Simon, et aux midis partagés avec Martin.

RÉSUMÉ

L'amélioration des performances des automobiles nécessite leur allègement. Ceci passe entre autres par l'adoption de nouveaux matériaux pour la structure interne de la carrosserie comme les aciers avancés à haute résistance mécanique en substitution des aciers faiblement alliés à haute résistance (HSLA). Pour obtenir les propriétés mécaniques désirées et assurer une protection contre la corrosion, les aciers sont traités dans une ligne de galvanisation en continu. Dans ce procédé, la température du traitement thermique est contrôlée par pyrométrie. Cette méthode utilise les propriétés radiatives du matériau en cours de traitement à travers l'émissivité spectrale qui est sensible à l'état de surface. En raison de leur composition chimique, plus riche en manganèse notamment, les nouveaux aciers développent une oxydation superficielle sélective qui altère l'émissivité et donc qui provoque des erreurs de détermination de la température. Ce mémoire vise à évaluer l'écart de température maximale admissible pour que les propriétés mécaniques des aciers respectent leur norme de référence.

Le projet a été mené sur un acier HSLA grade 50 et sur un acier biphasé grade 980 (DP980). Afin de simuler une situation de perte de contrôle de la température, des cycles altérés ont été réalisés à partir des cycles nominaux fournis par les partenaires industriels. La température maximale du revenu intercritique nominale est de 802°C, elle a été altérée de $\pm 25^{\circ}\text{C}$ et $\pm 50^{\circ}\text{C}$ pour le DP980 et seulement $\pm 50^{\circ}\text{C}$ pour le HSLA. Les traitements thermiques ont été réalisés dans le simulateur de galvanisation de McMaster University où la température est contrôlée par thermocouple. Les cycles thermiques ont été arrêtés juste avant l'étape de galvanisation. Les propriétés mécaniques ont été déterminées par des essais de traction uniaxiale selon la norme ASTM E8/A370.

Une cartographie de la dureté des coupons traités thermiquement dans le simulateur a permis de définir une zone de température uniforme de $\pm 10^{\circ}\text{C}$. Comme prévu, les propriétés mécaniques de l'acier DP980 sont fortement affectées par l'altération de la température. Quand la température dévie de -50°C à $+50^{\circ}\text{C}$, la limite d'élasticité et la résistance mécanique augmentent respectivement de 540 MPa et 260 MPa. Quelle que soit la déviation de la température, les propriétés mécaniques dépassent les minimums requis par la norme ASTM. Concernant le HSLA, pour des déviations identiques de température, la limite d'élasticité et la résistance mécanique augmentent respectivement de 120 MPa et 40 MPa.

Quatre observations découlent de ces résultats :

- les caractéristiques mécaniques du DP980 sont plus sensibles aux variations de la température de revenu intercritique que celles du HSLA;
- la limite d'élasticité est plus sensible aux déviations de température que la résistance mécanique;
- lorsque l'altération est de -50°C , la limite d'élasticité du HSLA est inférieure au requis de la norme ASTM A653.
- la sensibilité et l'évolution des propriétés mécaniques du DP980 s'expliquent par une évolution importante de la microstructure : la fraction surfacique de ferrite passe de 65% à 5% lorsque la déviation de température du revenu passe de -50°C à $+50^{\circ}\text{C}$.

Nous avons aussi comparé les propriétés mécaniques des aciers reçus galvanisés à celles mesurées sur coupons traités sur simulateur : elles sont significativement plus faibles. L'hypothèse retenue pour expliquer cette différence est l'absence de l'étape de galvanisation avec son immersion dans le bain de zinc fondu à 460°C pour les coupons. En effet, la température du début de transformation martensitique est plus basse que 460°C de sorte que durant la galvanisation, l'austénite commence à se décomposer.

Ce projet a permis au groupe de recherche de se familiariser avec le procédé de galvanisation et l'utilisation des équipements de traitement thermique. Le projet confirme la nécessité de maîtriser précisément la température au cours du traitement thermique pour les aciers biphasés.

ABSTRACT

The improvement of automotive efficiency involves using better materials such as advanced high-strength steel (AHSS) in substitution to high strength low alloy (HSLA) to lighten the weight of autobody parts. To reach desired mechanical properties and to assure protection from the corrosion, the steel strips are processed in continuous galvanizing lines. During this process, it is observed that the steel strip temperature often deviates from the aimed temperature prior to immersion in the zinc pot. This is often the consequence of erroneous pyrometric measurements, due to variations in spectral emissivity of the steel strip, thereby providing faulty feedback to the soak furnace thermostat.

The objective of this research is to quantify the strip temperature tolerance needed to achieve the specified mechanical properties of DP980 (AHSS, *dual phase* grade 980), in comparison with a HSLA steel grade 50.

Based on nominal heat treatment issued by the industrial partners, several altered heat cycles were designed to simulate a deviating temperature control. Maximum intercritical annealing temperature, 802°C, is modified by $\pm 25^{\circ}\text{C}$ and $\pm 50^{\circ}\text{C}$ for DP980 and only by $\pm 50^{\circ}\text{C}$ for HSLA. By design the cycles are interrupted just before the galvanization step. Heat treatments have been performed in the McMaster galvanizing simulator. The coupon temperature is controlled by one thermocouple. A hardness mapping of heat treated coupons has been performed in order to determine the area where temperature is uniform within $[0 / -10^{\circ}\text{C}]$.

After heat treatment, the tensile properties (yield strength, tensile strength and elongation at failure) have been characterized on subsize specimens according to ASTM E8/A370. As expected, the mechanical properties of DP980 are strongly affected by temperature deviation. When the temperature deviates from -50°C to $+50^{\circ}\text{C}$, the yield stress and ultimate tensile strength increase respectively by 540 MPa and 260 MPa. In the whole range the yield stress and ultimate tensile strength still significantly exceed the minimal values required by ASTM standard. For HSLA, with the same temperature deviation, the yield and ultimate tensile strength only increase respectively by 120 MPa and 40 MPa.

These results lead to four observations:

- DP980 is more sensitive to temperature deviation than HSLA;

- in both steels, the yield strength is more sensitive to temperature variation than the ultimate tensile strength;
- when temperature deviation is -50°C , HSLA yield stress is lower than the ASTM standard A653 requirement.
- microstructural examination of DP980 samples can explain the sensitivity and the evolution of mechanical properties: surface ferrite ratio decreases from 65% to 5% when the intercritical annealing temperature varies from -50°C to $+50^{\circ}\text{C}$.

The mechanical properties are significantly lower in as-received galvanized steel than in the coupons heat treated in the simulator. This difference may be explained by the missing galvanization step for simulator coupons. Galvanization happens in molten zinc bath at 460°C and the martensite transformation begins at a lower temperature. Thus, the decomposition of austenite into ferrite may start during galvanization.

With this project, the research group improved his knowledge of the continue galvanizing process and the equipment for heat cycling. In particular the project confirms the need of a more accurate temperature control during the heat cycle for a *dual phase* steel than for current HSLA steel. Further experimental works need to be performed to identify the critical ferrite / martensite ratio that could induce that the mechanical properties of DP980 to fall out of specifications.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS	III
RÉSUMÉ.....	IV
ABSTRACT	VI
TABLE DES MATIÈRES	VIII
LISTE DES TABLEAUX.....	XII
LISTE DES FIGURES.....	XIV
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS	XIX
CHAPITRE 1 INTRODUCTION.....	1
1.1 Mise en contexte.....	1
1.2 Problématique.....	2
1.3 Plan du mémoire.....	3
CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE	5
2.1 Installation industrielle.....	5
2.1.1 Organisation d'ensemble d'une ligne de galvanisation en continu.....	5
2.1.2 Élaboration des tôles par laminage.....	6
2.1.3 Oxydation sous l'atmosphère contrôlée des fours industriels	7
2.1.4 Contrôle de la température par pyrométrie	9
2.2 Métallurgie des aciers biphasés.....	11
2.2.1 Chimie	11
2.2.2 Propriétés mécaniques des aciers biphasés	13
2.3 Évolution de la microstructure au cours du traitement thermique	14
2.3.1 Chauffe initiale	15
2.3.2 Revenu intercritique — Austénitisation.....	18

2.3.3	Refroidissement.....	22
2.4	Microstructure et propriétés mécaniques	25
2.5	Synthèse	29
CHAPITRE 3 DÉMARCHE DE L'ÉTUDE		32
3.1	Objectifs de l'étude	33
3.2	Choix des aciers	33
3.3	Choix des cycles thermiques et des conditions environnementales	35
3.3.1	Cycles thermiques nominaux	35
3.3.2	Cycles thermiques interrompus	36
3.3.3	Cycles thermiques altérés.....	38
3.4	Phasage.....	39
3.4.1	Phase préliminaire	39
3.4.2	Phase 1.....	40
3.4.3	Phase 2.....	40
3.4.4	Phase 3.....	40
3.5	Équipements et méthodes expérimentales.....	41
3.5.1	Équipement pour le traitement thermique	41
3.5.2	Paramètres caractérisés et équipements utilisés	44
3.5.3	Description des méthodes de caractérisation et des particularités	46
3.6	Contribution personnelle	53
3.7	Stratégie de présentation des résultats.....	54
CHAPITRE 4 ARTICLE 1: EFFECT OF TEMPERATURE DEVIATION DURING INTERCRITICAL ANNEALING OF HSLA AND DP980 STEELS		55
4.1	Abstract	55
4.2	Introduction	55

4.3	Experimental protocol	57
4.4	Results	59
4.4.1	Effect of temperature deviation on DP980 mechanical properties and microstructure 59	
4.4.2	Effect of temperature deviation on HSLA grade 50 mechanical properties and microstructure.....	62
4.5	Discussion	64
4.6	Conclusion and future work	66
4.7	Acknowledgments	67
CHAPITRE 5 RÉSULTATS COMPLÉMENTAIRES		68
5.1	Résultat de l'analyse chimique par XPS	68
5.2	Propriétés mécaniques de la phase préliminaire	71
5.3	Effet de la taille des éprouvettes de traction	73
5.4	Localisation de la rupture des éprouvettes de traction	74
5.5	Uniformité de la température du coupon de test lors du traitement thermique.....	76
5.5.1	Caractérisation de l'hétérogénéité de la température du coupon	76
5.5.2	Acier DP980.....	77
5.5.3	HSLA	81
5.5.4	Hétérogénéité de température; zone exploitable du coupon	86
5.6	Simulation du cycle thermique et prédiction de la microstructure.....	88
CHAPITRE 6 DISCUSSION GÉNÉRALE		92
6.1	Interprétation des résultats mécaniques en intégrant l'hétérogénéité de la température du coupon92	
6.1.1	Acier DP980.....	92
6.1.2	Modification de la conclusion de l'article	95

6.2	Représentativité du cyclage thermique des aciers dans un simulateur par rapport au cyclage thermique dans une ligne de galvanisation	95
6.2.1	Acier DP980	96
6.2.2	HSLA	98
6.3	Portée et limites de l'étude	101
CHAPITRE 7 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS		103
7.1	Conclusions principales.....	103
7.2	Pistes de recherche	104
BIBLIOGRAPHIE		106

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2-1 :	Résumé des conditions expérimentales et des résultats des articles (Mazaheri et al., 2015; Pan et al., 2014; Zhang et al., 2015).....	28
Tableau 2-2 :	Synthèse de l'évolution microstructurale et des propriétés mécaniques à l'issue de chaque étape du cycle thermique.....	29
Tableau 2-3 :	Synthèse des modifications attendues sur la microstructure et les constituants selon l'altération du traitement thermique	30
Tableau 3-1 :	Limite supérieure de composition en %massique des normes auxquelles les aciers se rapportent	34
Tableau 3-2 :	Carbone équivalent et rapport Mn/Si des aciers.....	34
Tableau 3-3 :	Épaisseur des tôles	35
Tableau 3-4 :	État des aciers à leur réception.....	35
Tableau 3-5 :	Variation maximale de la vitesse de chauffage et de refroidissement pour les traitements thermiques altérés sur aciers DP980 et HSLA	39
Tableau 3-6 :	Récapitulatif des traitements thermiques effectués au cours de la phase 1	40
Tableau 3-7 :	Récapitulatif des cycles thermiques de la phase 2 pour étudier l'évolution des caractéristiques mécaniques	40
Tableau 3-8 :	Récapitulatif des cycles thermiques de la phase 3 pour valider la qualité du revêtement de zinc.....	41
Tableau 3-9 :	Synthèse des paramètres mesurés et les techniques employées pour chaque phase	45
Tableau 3-10 :	Rayon de courbure du mandrin en fonction de l'épaisseur de l'acier	52
Table 4-1 :	Chemical composition in maximum mass % as per ASTM 1079.....	57
Table 4-2 :	Carbon equivalent per Yurioka equation	57
Table 4-3 :	Ferrite content and grain size for DP980	61
Table 4-4 :	Ferrite content and grain size for HSLA	64

Table 4-5 : Variation in spectral emissivity ($\Delta\epsilon_\lambda$) resulting in a 50 K temperature deviation at 1073 K (800°C) and for 3 wavelengths.....	66
Tableau 5-1 : Proportion surfacique et taille des grains de ferrite pour les aciers HSLA et DP980 reçus galvanisés.....	73
Tableau 5-2 : Comparaison de l'élongation à la rupture à la fin d'un essai de traction uniaxial selon la taille des éprouvettes et la méthode de mesure.....	74
Tableau 5-3 : Paramètres microstructuraux mesurés sur les microstructures issues du pourtour du coupon d'un acier DP980.....	81
Tableau 5-4 : Paramètres microstructuraux mesurés sur les microstructures issues du pourtour du coupon d'un acier HSLA.....	85
Tableau 5-5 : Estimation à partir de la dureté de la température [°C] locale du coupon pour un cycle nominal (réglage : 802°C).....	88
Tableau 6-1 : Comparaison des propriétés mécaniques pour l'acier DP980 reçu galvanisé et cycle nominal de la phase 2.....	97
Tableau 6-2 : Proportion surfacique et taille des grains de ferrite pour DP980.....	97
Tableau 6-3 : Comparaison des propriétés mécaniques pour l'acier HSLA reçu galvanisé et cycle nominal de la phase 2.....	99
Tableau 6-4 : Proportion surfacique et taille des grains de ferrite pour HSLA.....	100

LISTE DES FIGURES

Figure 1-1 : « Banana curve » Classification des aciers selon leurs propriétés mécaniques, adapté de (Billur & Altan, 2013).....	2
Figure 2-1 : Schéma d'une ligne de galvanisation en continu par trempage à chaud, adapté de (Sanz García, Fernandez-Ceniceros, Antonanzas, & Ascacibar, 2014).....	5
Figure 2-2 : Cycle thermique typique dans une ligne de galvanisation en continu	6
Figure 2-3 : Diagramme d'Ellingham Richardson de l'oxydation du fer et des principaux éléments d'alliage pour un acier faiblement allié, adapté de (Buscarlet, 1996).....	8
Figure 2-4 : Valeur du point de rosée selon la pression partielle partielle d'oxygène et la température	9
Figure 2-5 : Schéma typique d'un cycle thermique dans une ligne de galvanisation continue avec les transformations microstructurales associées à chaque étape	14
Figure 2-6 : Cinétique de recristallisation et modèle de prédiction pour un acier DP590 (Li et al., 2013), les points représentent les données expérimentales alors que les lignes représentent le modèle	16
Figure 2-7 : Impact de la vitesse de chauffage sur la microstructure et l'apparition de structure en bande, adapté de (Li et al., 2013)	17
Figure 2-8 : Courbe de traction illustrant l'effet du raffinement de la taille des grains de ferrite pour un acier DP (Calcagnotto et al., 2010); UFG : grain ultra-fin (Ultra Fine Grain); FG : grain fin (Fine Grain); CG : gros grain (Coarse Grain).....	18
Figure 2-9 : Schéma décrivant les 3 étapes de la croissance de l'austénite au cours d'un revenu intercritique dans un acier ferrite-perlite. 1) dissolution de la perlite; 2a) croissance de l'austénite avec la diffusion du carbone dans l'austénite; 2b) croissance de l'austénite avec la diffusion du manganèse dans la ferrite; 3) équilibre final avec diffusion du manganèse dans l'austénite (Speich et al., 1981).....	20
Figure 2-10 : Effet de la vitesse de chauffage sur la cinétique de formation de l'austénite pour un acier TRIP laminé à froid de type C-Mn-Si et comparaison par rapport aux prédictions d'un modèle orthoéquilibre (OE) et paraéquilibre (PE), adapté de (Huang et al., 2004).....	21

Figure 2-11 : Cinétique de formation de l'austénite en maintien isotherme pour 2 températures de revenu intercritique et 2 conditions de chauffage, pour un acier TRIP C-Mn-Si laminé à froid, adapté de (Huang et al., 2004).....	22
Figure 2-12 : Diagramme montrant la microstructure d'un acier DP après un revenu à 785°C durant 20 minutes, Vieille ferrite correspond à la ferrite à l'issue du revenu intercritique, Nouvelle ferrite (N.F.) correspond à la ferrite formée au cours du refroidissement, $\alpha + (\text{FeM})_3\text{C}$ correspond à la perlite, adapté de (Erdogan, 2002).....	23
Figure 2-13 : Courbe de refroidissement continu pour le HSLA 80 (Thompson et al., 1996), A : austénite, PF : ferrite polygonale, WF : ferrite de Widmanstätten, ε : cuivre ε , AF : ferrite aciculaire, GF : ferrite granulaire, UB : bainite supérieure, LB : bainite inférieure, M : martensite	24
Figure 2-14 : Schéma de la décomposition de l'austénite au cours d'un refroidissement à 10°C/s en fonction de la vitesse de chauffage, adapté de (Mohanty et al., 2011).....	25
Figure 2-15 : Évolution de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique selon la température de revenu	27
Figure 3-1 : Organisation du programme de recherche entre les principaux étudiants impliqués et les phases	32
Figure 3-2 : Cycles thermiques tels que fournis par les industriels pour les 3 aciers étudiés	36
Figure 3-3 : Cycles thermiques effectués durant la phase 1.....	37
Figure 3-4 : Cycles thermiques effectués durant la phase 2; les traits pleins correspondent aux cycles nominaux et les traits pointillés aux cycles altérés de $\pm 50^\circ\text{C}$	39
Figure 3-5 : Simulateur de la ligne de galvanisation à McMaster University [MGS]	42
Figure 3-6 : Schéma du coupon accepté par le simulateur de galvanisation	43
Figure 3-7 : Localisation des mesures de duretés sur le coupon.....	50
Figure 3-8 : Localisation approximative des éprouvettes de traction sur le coupon.....	51
Figure 3-9 : Éprouvette de traction préparée pour le DIC avec un extensomètre installé dans les mors	52

Figure 3-10 :	Montage de la plieuse avec le mandrin après un test sur un acier DP980	53
Figure 4-1:	Heat treatment cycles. The solid line denotes the nominal cycle.....	58
Figure 4-2:	a) Unprocessed and b) processed images of DP980 after nominal heat treatment	58
Figure 4-3:	Typical stress – strain curves obtained for DP980 steel (Note: -25 K and +25 K tests interrupted after UTS is reached).....	60
Figure 4-4 :	Average of yield and ultimate tensile strength and strain for DP980 at nominal and ± 50 K	61
Figure 4-5 :	SEM observation of DP980 at a) -50 K condition; b) Nominal condition; c) +50 K condition.....	61
Figure 4-6 :	Typical stress – strain curves obtained for HSLA.....	63
Figure 4-7 :	SEM observation of HSLA at a) -50 K condition; b) Nominal condition; c) +50 K condition	63
Figure 4-8 :	Average of yield and ultimate tensile strength and strain for HSLA at nominal and ± 50 K	64
Figure 5-1 :	Résultat du survol de la surface par le XPS d'un acier DP980 a) brut de laminage b) après un traitement thermique <i>Full</i>	69
Figure 5-2 :	Profil de concentration relative des oxydes de manganèse et de silicium ainsi que du manganèse métallique pour un acier DP980 après un traitement thermique <i>Full</i>	70
Figure 5-3 :	Courbes contrainte – déformation représentatives des aciers HSLA et DP980 reçus galvanisés	72
Figure 5-4 :	Moyenne de la limite d'élasticité, de la contrainte mécanique et de l'allongement à la rupture des aciers HSLA et DP980 reçus galvanisés	72
Figure 5-5 :	Deux éprouvettes de petite taille après un essai de traction, la rupture est localisée au même endroit	74
Figure 5-6 :	Relevé de la dureté (une mesure) Rockwell A sur un coupon de DP980 traité thermiquement selon le cycle nominal dans le MGS	77

Figure 5-7 : DP980 – Évolution de la dureté avec la température de traitement thermique - Mesures effectuées à proximité du thermocouple.....	78
Figure 5-8 : Cartographie de l'estimation de la température maximale [°C] d'une face d'un coupon de DP980 lors d'un cycle nominal (température visée 802°C). Le bleu indique les températures plus froides, le rouge les températures plus chaudes.....	79
Figure 5-9 : Microstructure observées au MEB à proximité du thermocouple pour un coupon d'acier DP980 a) -50°C; b) Nominal; c) +50°C.....	80
Figure 5-10 : Microstructures observées au MEB issues du pourtour d'un acier DP980 traité thermiquement selon le cycle a) -50°C; b) Nominal; c) +50°C	80
Figure 5-11 : Relevé de la dureté en Rockwell A sur un coupon traité thermiquement selon le cycle nominal dans le MGS	82
Figure 5-12 : Moyennes des duretés mesurées à proximité du thermocouple pour chaque traitement thermique	83
Figure 5-13 : Cartographie de l'estimation de la température maximale [°C] d'une face d'un coupon de HSLA lors d'un cycle nominal (température visée 805°C). Le bleu indique les températures plus froides, le rouge les températures plus chaudes.....	83
Figure 5-14 : Microstructure observées au MEB à proximité du thermocouple pour un coupon d'acier HSLA a) -50°C; b) Nominal; c) +50°C	84
Figure 5-15 : Microstructures observées au MEB issues du pourtour d'un acier HSLA traité thermiquement selon le cycle a) -50°C; b) Nominal; c) +50°C	85
Figure 5-16 : Schéma localisant approximativement la position d'extraction des éprouvettes de traction par rapport à la zone de température uniforme pour l'acier DP980.....	87
Figure 5-17 : Diagramme de transformation en refroidissement continu de l'acier DP980 pour le cycle thermique nominal obtenu avec JMatPro	89
Figure 5-18 : Diagramme de l'évolution de la proportion des phases pendant le refroidissement du cycle nominal de l'acier DP980 obtenu avec JMatPro.....	90
Figure 5-19 : Évolution de la proportion de ferrite calculée par JMatPro et mesurée à proximité du thermocouple pour tous les cycles thermiques.....	90

Figure 6-1 : Acier DP980 : évolution de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique moyenne et maximale en fonction de la température maximale estimée sur coupon	93
Figure 6-2 : Acier DP980 : évolution de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique moyenne et maximale en fonction de la proportion surfacique de ferrite mesurée près du thermocouple	94
Figure 6-3 : Évolution de la proportion surfacique de ferrite par rapport à la température maximale du cycle thermique. En rond le HSLA et en carré, l'acier DP980	94
Figure 6-4 : Microstructure au microscope optique du DP980 attaqué avec une solution de LePera à 500x clair : Ferrite; sombre : Martensite, gauche : reçu galvanisé; droite : phase 2 cycle nominal	97
Figure 6-5 : Comparaison des propriétés moyennes et maximales en fonction de la proportion surfacique de ferrite mesurée près du thermocouple entre un acier DP980 galvanisé dans une ligne continue et traité dans le MGS	98
Figure 6-6 : Microstructure au microscope optique du HSLA attaqué avec une solution de Nital, gauche : reçu galvanisé; droite : phase 2 cycle nominal. En claire : la ferrite; en sombre : la martensite	99
Figure 6-7 : Comparaison des propriétés moyennes et maximales en fonction de la proportion surfacique de ferrite mesurée près du thermocouple entre un HSLA galvanisé par le partenaire industriel et traité dans le MGS.....	101

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

α :	Absorbance
α :	Ferrite
A :	Traitement thermique A
Ac1 :	Température limite inférieure d'austénitisation partielle
Ac3 :	Température limite supérieure d'austénitisation partielle
AFM :	Atomic Force Microscope, Microscope à force atomique
AHSS :	Advanced High Strength Steel, acier avancé à haute résistance
B :	Bainite
B :	Traitement thermique B
c :	Vitesse de la lumière
C_1 :	Constante égale à hc
C_2 :	Constante égale à $\frac{hc}{k_B}$
CG :	Coarse Grain, grain grossier
DIC :	Digital Image Correlation, Corrélation d'image numérique
DP :	Dual Phase, biphasé
DP### :	Dual Phase steel grade ###, acier biphasé de grade ### où ### indique la résistance mécanique minimale requise
dp :	dew point, point de rosée
ε_λ :	Émissivité spectrale
Fe_3C :	Cémentite
FG :	Fine Grain, petit grain
FIB :	Focus Ion Beam, faisceau ionique
FTIR :	Fourier Transform InfraRed spectroscopy, spectroscopie infrarouge à transformer de Fourier

<i>Full</i> :	Traitement thermique complet
GAP :	Galvanized Autobody Partnership, partenariat pour l'automobile galvanisée
GDOES :	Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy, Spectroscopie d'émission optique par décharge luminescente
h :	Constante de Planck
H :	Microdureté de la ferrite mesurée
H_0 :	Microdureté initiale de la ferrite
H_{rex} :	Microdureté de la ferrite complètement recristallisée
H_2 :	Dihydrogène
HSLA :	High Strength Low Alloy, acier faiblement allié à haute résistance
$I_{\lambda}^o(\lambda, T)$:	Intensité rayonnée spectrale émise par le corps noir
$I_{\lambda}(\lambda, T)$:	Intensité rayonnée spectrale émise par un matériau à une longueur d'onde et une température donnée
IZA :	International Zinc Association, Association internationale du zinc
k_B :	Constante de Boltzman
λ :	Longueur d'onde
M :	Martensite
MEB :	Microscope Électronique à Balayage
MGS :	McMaster Galvanizing Simulator, Simulateur de galvanisation de McMaster
N_2 :	Diazote
$P_{\text{sat}H_2O}$:	Pression de saturation de l'eau
P_{H_2} :	Pression partielle du dihydrogène
P_{O_2} :	Pression partielle d'oxygène
ρ :	Réflectance

Ra :	Moyenne arithmétique du profil de rugosité
Re :	Limite d'élasticité
Rku :	Aplatissement du profil de rugosité
Rm :	Résistance mécanique
Rq :	Écart quadratique moyen du profil de rugosité
Rsk :	Coefficient de dissymétrie du profil de rugosité
Rsm :	Distance moyenne intersommets du profil de rugosité
Rz :	Dénivelé maximum moyen du profil du profil de rugosité
τ :	Transmittance
T :	Température
TRIP :	TRansformation Induced Plasticity, acier à transformation plastique induite
UFG :	Ultra Fine Grain, grain ultra petit
WLI :	White Light Interferometer, interterféromètre à lumière blanche
XPS :	X-ray Photoelectron Spectroscop, spectroscopie photoélectronique X
y _{xx} :	Composition massique avec xx l'élément chimique

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

1.1 Mise en contexte

Pour répondre aux exigences réglementaires concernant la sécurité des passagers et l'environnement, la filière automobile se mobilise pour implanter de nouvelles technologies. Leur introduction nécessite de rééquilibrer la masse réservée à chaque élément et notamment celle réservée à la structure métallique interne qui est majoritairement faite en acier. L'une des solutions pour alléger la quantité d'acier est de réduire les épaisseurs nécessaires à l'obtention des requis mécaniques pour la sécurité et la mise en forme. Afin de préserver ou d'améliorer les propriétés mécaniques de la structure, de nouveaux aciers sont développés par les aciéristes. La Figure 1-1 montre les différentes familles d'aciers utilisés ou en développement pour l'industrie automobile. Ils sont regroupés par génération d'apparition. Les plus communs actuellement sont les aciers *High Strength Low Alloy* [aciers faiblement alliés à haute résistance] (HSLA). Ils sont remplacés progressivement par *Advanced High Strength Steel* [aciers avancés à haute résistance] (AHSS). La dénomination AHSS regroupe plusieurs familles d'aciers notamment *Dual Phase* [aciers biphasés] (DP), *Complex Phase* [aciers à multiples phases] (CP) et *TRansformation Induced Plasticity* [aciers à transformation de phase par plasticité] (TRIP) qui forment la première génération. Les aciers biphasés sont ceux dont la production industrielle est la plus importante (Keeler, Kimchi, & Mooney, 2017). Elle permet d'atteindre de plus hauts niveaux de limite d'élasticité et de contrainte maximale, tout en préservant une bonne ductilité; et ce par l'intermédiaire de microstructures à base de martensite, d'austénite résiduelle, de bainite et de ferrite. Ces microstructures s'obtiennent grâce à l'ajout en plus grande quantité d'éléments d'alliage comme le manganèse et le silicium, et avec un traitement thermique incluant un revenu intercritique.

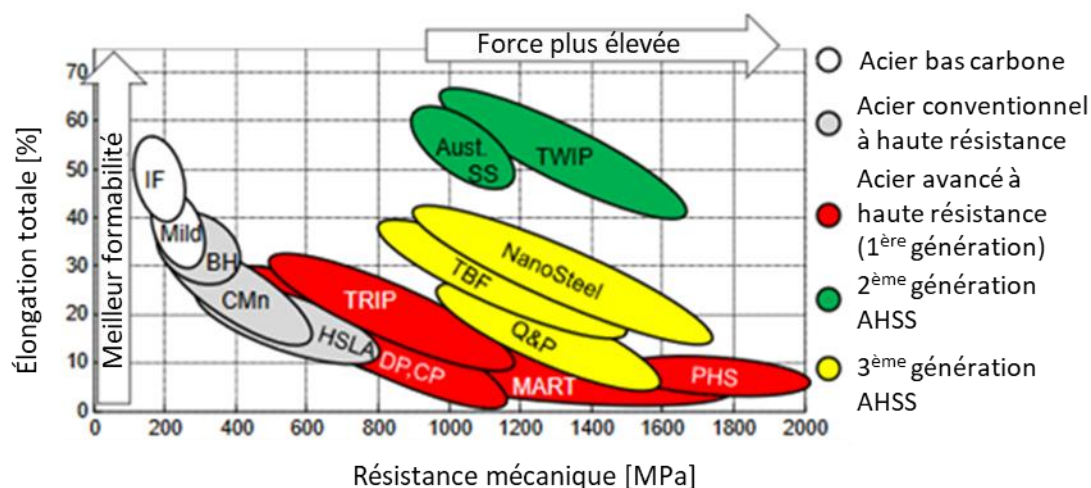


Figure 1-1 : « Banana curve » Classification des aciers selon leurs propriétés mécaniques, adapté de (Billur & Altan, 2013)

Dans le cadre cette étude, seuls les aciers *Dual Phase* et *HSLA* seront abordés. Les aciers *Dual Phase* sont composés d'une matrice de ferrite et d'îlots de martensite.

L'acier sur une automobile est soumis par son utilisation aux aléas climatiques et environnementaux. Il est donc susceptible de se corroder et doit être protégé pour préserver son intégrité. L'une de ces protections est la galvanisation.

L'obtention des propriétés mécaniques et la galvanisation sont réalisées séquentiellement sur une même ligne en continu, *Continuous Galvanizing Line*, au travers un traitement thermique et la galvanisation à proprement parler. L'acier arrive sous forme de tôle laminée et subit un traitement thermique par défilement de la tôle dans différents fours. À la fin de la ligne, l'acier est galvanisé par immersion dans un bain de zinc fondu à 460°C pendant une dizaine de secondes. La température des fours sur la ligne de galvanisation est régulée grâce à des mesures pyrométriques de la température de la bande d'acier. La température effective des traitements thermiques dépend donc de l'émissivité de l'acier en cours de traitement, donc de l'évolution de son état de surface.

1.2 Problématique

La mise en œuvre des nouveaux aciers AHSS dans les lignes de galvanisation s'est accompagnée d'une augmentation du taux de non-conformités liée au contrôle de la température de la tôle et à la

qualité du revêtement de zinc. Il a été mis en évidence que le comportement de la surface des aciers AHSS était différent de celui des aciers HSLA. Une oxydation sélective superficielle des principaux éléments d'alliage, manganèse et silicium, se développe au cours du traitement thermique. Cette oxydation modifie l'état de surface de l'acier, ce qui a plusieurs conséquences néfastes directes et indirectes :

- La modification non contrôlée de l'émissivité à cause de la modification de la chimie superficielle en raison des oxydes (Thiessen, Bocharova, Mattissen, & Sebal, 2010),
- La modification de la mouillabilité à la surface de l'acier par le zinc et une diminution de l'adhésion du revêtement (Cvijović, Parezanović, & Spiegel, 2006).

Le projet s'est développé à partir de l'hypothèse que la modification non contrôlée de l'émissivité provoque une détermination erronée de la température qui engendre une erreur sur le contrôle de la température. L'altération de la mesure de température se fait progressivement avec l'apparition puis la croissance des oxydes. Conséquemment, le cycle thermique s'en trouve modifié et cela provoque des modifications sur la microstructure et les propriétés mécaniques.

1.3 Plan du mémoire

Les principaux thèmes abordés dans ce mémoire concernent l'évolution des propriétés mécaniques et de la microstructure de deux aciers, HSLA et *dual phase*, en fonction de différents cycles thermiques. Le mémoire est développé en cinq chapitres en plus de l'introduction et de la conclusion.

Dans le Chapitre 2, la revue de littérature présente le contexte industriel d'une ligne de galvanisation en continu, la métallurgie des aciers biphasés, l'évolution de la microstructure de ces aciers au cours du cycle thermique et enfin les propriétés mécaniques selon la microstructure. À la fin de ce chapitre, l'objectif de recherche est présenté. Dans le Chapitre 3, la démarche de l'étude aborde les objectifs spécifiques, l'organisation générale du projet et décrit les aspects expérimentaux et les différentes caractérisations effectuées. Le Chapitre 4 reproduit l'article présenté à la conférence Galvatech 2017 dans lequel sont montrés les principaux résultats de caractérisation microstructurale et mécanique. Le Chapitre 5 présente des résultats complémentaires notamment les profils chimiques obtenus par XPS, l'effet de la taille des

éprouvettes et l'uniformité de la température du coupon. Le Chapitre 6 discute des conséquences de l'hétérogénéité de la température du coupon et compare les propriétés mécaniques et la microstructure d'aciers traités par le simulateur et sur la ligne de galvanisation en continu.

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE

2.1 Installation industrielle

2.1.1 Organisation d'ensemble d'une ligne de galvanisation en continu

Il existe différentes manières de galvaniser un acier. Le procédé étudié dans ce projet est celui par trempage à chaud en continu. C'est un procédé relativement simple dans lequel l'acier passe dans un bain de zinc liquide puis une cellule de refroidissement par air soufflé. Le zinc adhère à la surface du métal pour former une couche protectrice. L'épaisseur du zinc est contrôlée par le temps d'immersion dans le bassin et la hauteur des lames d'air pour enlever le surplus de zinc encore liquide qui se trouverait à la surface. L'épaisseur de zinc est définie par la masse déposée par unité de surface [kg/m^2]. Il est habituel que le bain de zincage soit précédé d'une série de fours assurant le traitement thermique de l'acier (Figure 2-1 & Figure 2-2). Les tôles d'acier, éventuellement de différentes familles ou grades, sont soudées les unes aux autres au début de la ligne. Cela permet d'assurer un flux continu d'acier avec des vitesses élevées de défilement (3 – 12 m/s). Il peut y avoir d'autres étapes de chauffage ou de traitement sur le zinc après le trempage, mais cela dépasse le cadre de cette étude.

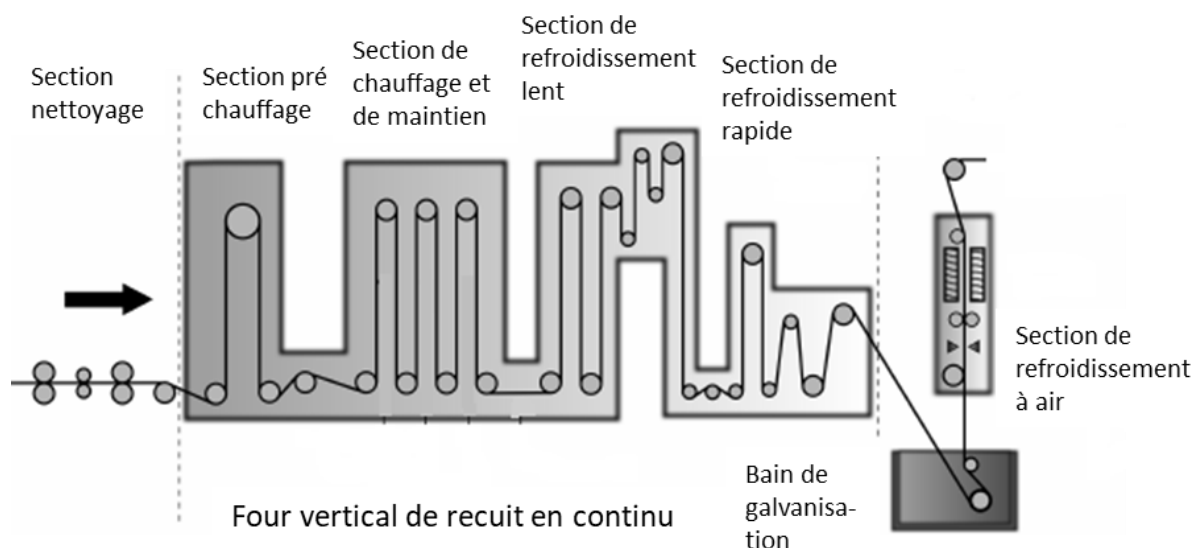


Figure 2-1 : Schéma d'une ligne de galvanisation en continu par trempage à chaud, adapté de (Sanz García, Fernandez-Ceniceros, Antonanzas, & Ascacibar, 2014)

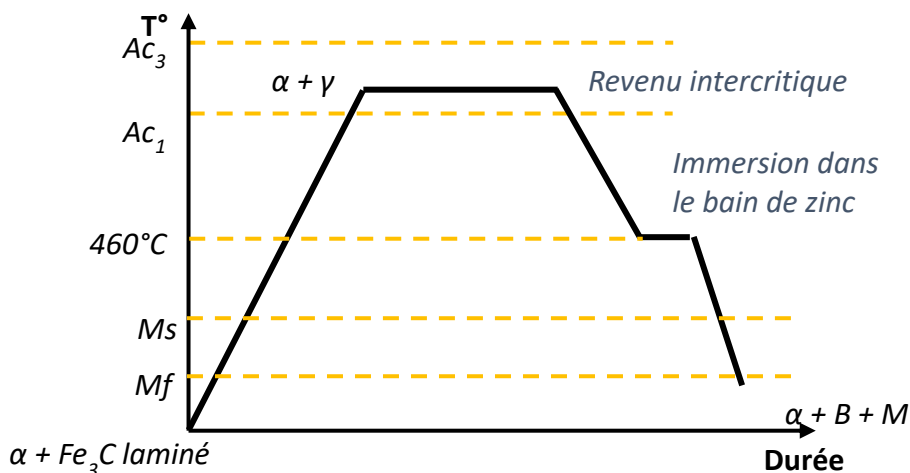


Figure 2-2 : Cycle thermique typique dans une ligne de galvanisation en continu

Il existe plusieurs technologies pour les fours. Les fours à flammes (ouvertes ou fermées) et ceux à tubes radiants. Les fours à flammes permettent d'obtenir des vitesses de chauffage plus élevées que les fours à tubes radiants et ne sont utilisés que lors de la chauffe initiale. Les fours à tubes radiants sont des enclaves avec une atmosphère réductrice pour empêcher que le fer ne s'oxyde à haute température. Le temps passé à chaque étape dépend de la longueur du parcours et de la vitesse de défilement des tôles d'acier. Ces deux paramètres s'adaptent pour chaque acier et leur régulation est indépendante de la température.

2.1.2 Élaboration des tôles par laminage

Deux étapes de laminage sont nécessaires pour obtenir des tôles minces laminées à froid. La première est un laminage à chaud pour réduire la section importante du lingot initial. Le procédé demande relativement peu d'énergie, car la température élevée permet de déformer l'acier plus facilement. En cours de laminage, il se produit une recristallisation dynamique qui génère une microstructure composée de ferrite et de perlite. La taille des grains est déterminée lors de cette étape; elle dépend du nombre de passes, de la température de traitement et de la vitesse de refroidissement (Calcagnotto, Ponge, & Raabe, 2010). À la fin de cette étape, l'acier est décapé pour enlever les oxydes de surface. La seconde étape permet d'obtenir la tôle à l'épaisseur finale désirée par laminage à froid en plusieurs passes successives. Cette seconde étape déforme l'acier plastiquement et donc la microstructure ferrito-perlitique est conservée. L'énergie stockée par

écrouissage aura un rôle important pour la recristallisation du matériau lors des traitements thermiques ultérieurs.

2.1.3 Oxydation sous l'atmosphère contrôlée des fours industriels

Lors du traitement thermique, il faut préserver la tôle de l'oxydation du fer. Les fours sont donc sous atmosphère contrôlée, généralement un mélange de diazote et de dihydrogène : N_2/H_2 suivant un ratio de 95%/5%. Ce mélange gazeux est inerte, voire réducteur grâce au dihydrogène, et ne favorise donc pas l'oxydation de la tôle (Buscarlet, 1996) comme on peut le voir sur le diagramme d'Ellingham de la Figure 2-3. Ce diagramme présente en ordonnée la variation d'enthalpie libre lors des réactions d'oxydation en fonction de la température de réaction en abscisse. Il apparaît que la réaction d'oxydation du fer a une variation d'enthalpie libre plus faible (en absolu) que celle des éléments d'alliage comme le manganèse et le silicium. Conséquemment lors du cycle thermique, le manganèse et le silicium auront tendance à s'oxyder préférentiellement au fer.

Dans une atmosphère de four industriel, le domaine de stabilité du métal et de ses oxydes s'établit en équilibre avec la réaction de décomposition de l'eau en ses composants élémentaires, oxygène et hydrogène. On le détermine par l'intersection de la droite indiquant la pression partielle d'oxygène et les droites de réaction d'oxydation du métal. La droite de pression partielle d'oxygène se trace depuis le point 0 de la variation d'enthalpie libre et le repère extérieur indiquant la pression partielle d'oxygène.

En milieu industriel, les fours ne sont pas hermétiquement clos à cause, entre autres, des ouvertures nécessaires au passage de la tôle. Ainsi l'environnement n'est pas totalement dépourvu d'oxygène; il est présent à de très faibles concentrations. Ces conditions préservent tout de même le fer de toute forme d'oxydation.

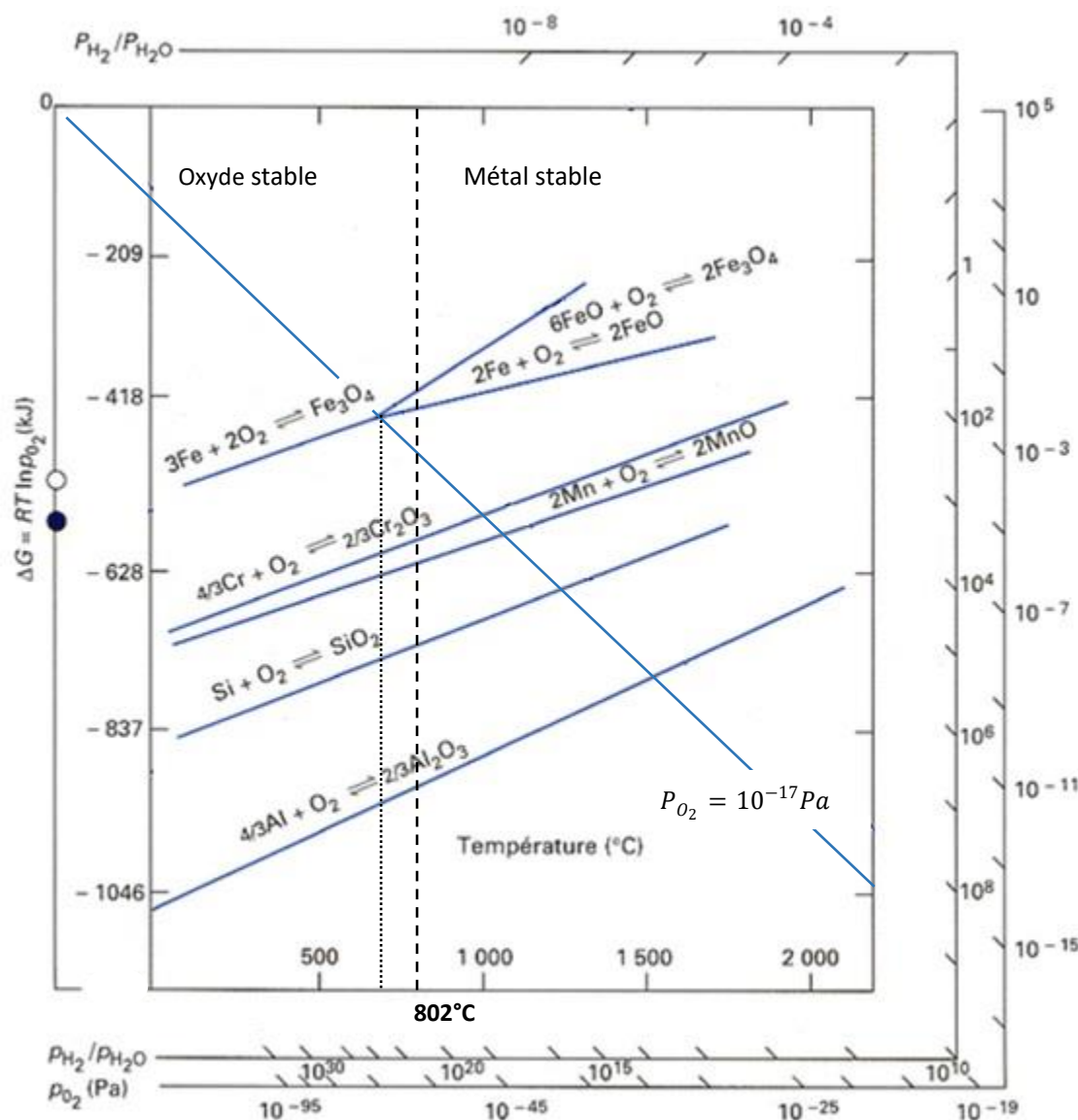


Figure 2-3 : Diagramme d'Ellingham Richardson de l'oxydation du fer et des principaux éléments d'alliage pour un acier faiblement allié, adapté de (Buscarlet, 1996)

Pour quantifier le caractère oxydant de l'atmosphère des fours, les industriels utilisateurs de lignes de galvanisation et les articles scientifiques font référence au point de rosée (anglais *dew point*, abrégé en *dp*) et non à la pression partielle d'oxygène. Il existe une relation entre la pression partielle d'oxygène, celle de dihydrogène et le taux d'humidité (Cho, L., Jung, & de Cooman, 2014). Cette relation est dépendante de la température selon la relation suivante :

$$\frac{1}{2} \log P_{O_2} = 3.00 - \frac{13088}{T} + \log \left(\frac{P_{satH_2O}}{P_{H_2}} \right) \quad (1)$$

avec P_{O_2} la pression partielle d'oxygène; P_{satH_2O} la pression de saturation de la vapeur d'eau; P_{H_2} pression partielle d'hydrogène en atm; T la température dans le four en K.

La Figure 2-4 montre l'équivalence du point de rosée avec la pression partielle d'oxygène.

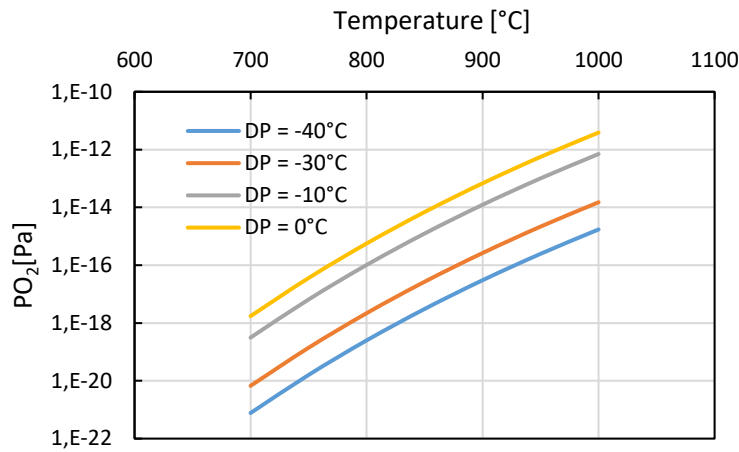


Figure 2-4 : Valeur du point de rosée selon la pression partielle partielle d'oxygène et la température

Dans les fours de traitement thermique des lignes de galvanisation, il est commun de viser un point de rosée de -30°C ($P_{O_2} = 2,18 \cdot 10^{-18} \text{ Pa}$). Ce point de rosée est suffisamment bas pour préserver le fer de l'oxydation selon l'équilibre thermodynamique (Figure 2-3) voire même générer une réduction des oxydes ferriques préexistants (Buscarlet, 1996).

2.1.4 Contrôle de la température par pyrométrie

Dans une ligne de galvanisation en continu, la température est mesurée sans contact à cause de la vitesse de défilement de la tôle. Il n'est pas possible d'utiliser des thermocouples ou d'autres moyens de mesure de température par contact. De plus, la mesure de température doit avoir un temps de réponse rapide pour pouvoir effectuer des corrections rapidement ou adapter la température du four aux différentes nuances d'acier qui s'y trouvent. La technique utilisée est donc

la pyrométrie, c'est-à-dire la mesure du rayonnement thermique de la tôle. La loi de Planck décrit l'intensité rayonnée spectrale (I_λ^0) d'un corps noir en fonction de la température et la longueur d'onde :

$$I_\lambda^0(\lambda, T) = \frac{hc^2}{\lambda^5 \left(e^{\frac{hc}{\lambda k_B T}} - 1 \right)} = \frac{C_1}{\lambda^5 \left(e^{\frac{C_2}{\lambda T}} - 1 \right)} \quad (2)$$

avec I_λ^0 : intensité rayonnée spectrale émise par le corps noir en $W/(m^2 \cdot \mu m \cdot sr)$; h : constante de Planck en J.s; c : la vitesse de la lumière dans l'air en m/s; λ : longueur d'onde du rayonnement en m; k_B : la constante de Boltzman en J/K; T : la température en K et C_1 : constante égale à hc^2 et C_2 : constante égale à $\frac{hc}{k_B}$.

Le corps noir est un concept physique, c'est un corps qui absorbe tous les rayonnements incidents sans réflectance ni transmittance, son intensité radiative peut être calculée théoriquement. Il n'est pas représentatif d'un acier (ou d'un matériau réel). Le rapport d'énergie émise par la surface d'un acier (ou d'un matériau réel) et par la surface du corps noir à la même température définit l'émissivité de la surface. Comme la plupart des pyromètres utilisés dans les lignes de production sont monochromatiques, c'est l'émissivité spectrale qui est pertinente et non l'émissivité totale. Cette émissivité dépend de la longueur d'onde et de la température du matériau comme le formule l'équation 3 :

$$\varepsilon_\lambda = \frac{I_\lambda(\lambda, T)}{I_\lambda^0(\lambda, T)} \quad (3)$$

avec ε_λ : émissivité spectrale; I_λ : intensité rayonnée spectrale émise par le matériau à une longueur d'onde et une température donnée en $W/(m^2 \cdot \mu m \cdot sr)$; I_λ^0 : intensité rayonnée spectrale émise par le corps noir à la même longueur d'onde et température que le matériau en $W/(m^2 \cdot \mu m \cdot sr)$.

En s'appuyant sur l'approximation de Wien de la loi de Planck, il est possible de déterminer la température de l'acier à partir de l'intensité mesurée I_λ et l'émissivité spectrale du matériau :

$$T \approx \frac{C_2}{\lambda \left[\ln \left(\frac{\varepsilon_\lambda C_1}{\lambda^5 I_\lambda} \right) \right]} \quad (4)$$

Ainsi la connaissance de l'émissivité spectrale est nécessaire pour déterminer la température. L'émissivité dépend des conditions de mesure de la température (angle de visée du pyromètre), de la chimie du matériau et de l'état de surface comme la rugosité, l'état d'oxydation (chimie, épaisseur et répartition).

La température issue du pyromètre est déterminée par la valeur mesurée de l'intensité rayonnée spectrale et l'émissivité du matériau, préréglée, attendue à cette température. Il en résulte que puisque les aciers sont alliés avec des éléments oxydables au cours du traitement thermique et puisque la mesure de température dépend de l'état de surface à travers l'émissivité, alors l'émissivité réelle est différente de celle attendue et cela entraîne une erreur sur la mesure et le contrôle de la température. Cette erreur peut varier avec l'instant dans le traitement thermique donc avec la localisation du point de mesure sur la chaîne de galvanisation.

2.2 Métallurgie des aciers biphasés

2.2.1 Chimie

Comme pour tous les aciers, le taux de carbone joue un rôle primordial pour la dureté et la résistance mécanique. Un taux de carbone plus élevé permet d'atteindre des résistances mécaniques plus élevées en durcissant la martensite. Cependant puisque ces aciers sont appelés à être soudés, la proportion massique du carbone doit rester idéalement inférieure à 0,25% massique (Bleck & Phiu-on, 2008; Calcagnotto, Adachi, Ponge, & Raabe, 2011; de la Concepción, Lorusso, & Svoboda, 2015). Par ailleurs, un taux bas de carbone favorise la capacité à la déformation de l'acier et à sa mise en forme par pliage et emboutissage.

Pour les aciers biphasés, on peut distinguer deux autres éléments d'alliage majeurs : le silicium et le manganèse. Le silicium est α -gène, c'est-à-dire qu'il stabilise la phase ferrite, plus ductile, lors

du refroidissement de l'acier en préservant ainsi sa capacité de déformation. Le taux de silicium doit être limité, car il réduit la soudabilité. Le manganèse améliore la trempabilité en retardant la formation de la perlite et de la bainite lors du refroidissement. Il agit en ralentissant la diffusion et la concentration du carbone dans la microstructure (Calcagnotto, Ponge, & Raabe, 2011). Cet effet a plusieurs avantages comme limiter la croissance des grains durant le revenu intercritique par réduction de la mobilité des joints de grain par ancrage (*solute drag*) (Calcagnotto, Ponge, et al., 2011) et favoriser la formation de la martensite, phase sursaturée en carbone. Le manganèse abaisse aussi la température limite inférieure de la zone intercritique ce qui permet de réduire la cinétique de croissance des grains de ferrite post recristallisation.

En plus de ces deux éléments, il est fréquent d'avoir de l'aluminium, du molybdène, du phosphore, du chrome (notamment en substitution partielle du silicium), du vanadium, du niobium et du titane. Chacun des éléments influence la microstructure soit par solution solide soit pour former des carbures et des nitrures. Pour améliorer la résistance mécanique, les carbures et les nitrures sont recherchés, car ils permettent de faire obstacle à la migration, diffusion ou déplacements des dislocations, et des joints de grain (Bleck & Phiu-on, 2008; Fernández, Illescas, & Guilemany, 2007). Dans le cas du niobium, Cho et coll. (Cho, K., Redkin, Hua, Garcia, & DeArdo, 2011) ont présenté des résultats pour des aciers DP780 et DP980 où du niobium a été ajouté avec des concentrations croissantes. Il forme des petits carbures dispersés dans la matrice qui vont retarder la recristallisation de la ferrite puis empêcher le grossissement des grains. Corollairement, on obtient une microstructure plus fine. Le molybdène se place aux joints de grain qu'il ancre et sa diffusion se fait préférentiellement à courte distance (Bleck & Phiu-on, 2008).

Selon Valeria L. de la Concepcion et coll. (de la Concepción et al., 2015), la plage de température intercritique permettant d'obtenir un mélange de ferrite et d'austénite favorable à la formation de la martensite diminue quand la teneur en carbone augmente; ce résultat est en accord avec le diagramme d'équilibre Fer — Carbone. Ce résultat suggère une sensibilité accrue des propriétés mécaniques des aciers à fort carbone à la température de traitement thermique. Il serait intéressant de voir si l'utilisation de la notion de carbone équivalent comme pour le soudage donne les mêmes tendances pour tenir compte des éléments d'alliage qui impactent la formation des phases et la diffusion du carbone.

2.2.2 Propriétés mécaniques des aciers biphasés

Les aciers DP, *dual phase*, sont la suite d'une évolution des aciers HSLA en vue d'améliorer les propriétés mécaniques. Il n'y a pas de rupture nette dans la composition et la microstructure entre ces deux familles d'acier. La distinction est formelle et basée sur la résistance maximale. La limite entre les deux familles d'acier a été située aux alentours de 550MPa (Bleck & Phiu-on, 2008). De même, l'évolution des aciers *dual phase* a conduit aux aciers à phases complexes. Les derniers développements des aciers biphasés permettent actuellement d'atteindre des résistances maximales de plus de 1100MPa. Au-delà, d'autres familles d'aciers deviennent plus intéressantes comme les TRIP qui permettent de garder une capacité de déformation élevée malgré l'augmentation de la résistance mécanique (Keeler et al., 2017).

Les aciers HSLA et DP possèdent des propriétés mécaniques bien particulières qui les rendent intéressants pour la formabilité et pour fabriquer des structures de sécurité qui doivent absorber le plus d'énergie possible en se déformant uniformément lors d'une surcharge. Dans un acier biphasé, la ferrite a une concentration élevée de dislocations libres. Elles proviennent de l'expansion volumique lors de la transformation de l'austénite en martensite et elles se mettent en mouvement sous une faible charge. Le mouvement des dislocations est aidé par les contraintes internes provenant également de la transformation martensitique (Sakaki, Sugimoto, & Fukuzato, 1983). Lorsque les dislocations bougent, elles s'empilent progressivement aux interfaces entre la ferrite et la martensite et interagissent entre elles (Asadi, 2010). Ces caractéristiques sont à l'origine de la forte consolidation initiale de l'acier et de la déformation plastique uniforme importante.

De nombreux travaux (Asgari, Hodgson, Yang, & Rolfe, 2009; Korzekwa, Lawson, Matlock, & Krauss, 1980; Kuziak, Kawalla, & Waengler, 2008; Mazaheri, Kermanpur, & Najafizadeh, 2015; Radwański, Wrożyna, & Kuziak, 2015) tentent de modéliser les propriétés mécaniques en s'appuyant sur la microstructure et notamment sur la proportion volumique de la martensite et de la ferrite. Les premières études, à la fin des années 1970, utilisaient un modèle du comportement basé uniquement sur la proportion des phases martensite / ferrite selon la loi des mélanges; ils permettaient d'approximer la résistance maximale à la traction. Depuis les modèles se sont complexifiés en intégrant plus de paramètres comme le diamètre équivalent, la rotondité, la continuité ou encore la contiguïté des phases entre elles. Mais l'évolution de la proportion de

martensite dans la microstructure reste toujours un bon indicateur qualitatif de l'évolution de la contrainte maximale.

Dans ce projet, l'évolution des propriétés mécaniques sera expliquée qualitativement par la proportion de ferrite / martensite et la taille des grains.

2.3 Évolution de la microstructure au cours du traitement thermique

La compréhension des transformations microstructurales qui ont lieu au cours du cycle thermique est primordiale pour anticiper les résultats mécaniques et tenter de les modéliser. On peut distinguer des phénomènes de recristallisation, de transformation de phase et de diffusion. Ceux-ci sont sensibles à la vitesse de chauffage, à la température de revenu intercritique et à la vitesse de refroidissement (Li, Li, Meng, Hu, & Xu, 2013; Mohanty, Girina, & Fonstein, 2011; Peranio, Li, Roters, & Raabe, 2010).

Une description succincte des mécanismes de transformation et leurs effets sur la microstructure dans l'ordre chronologique du cycle thermique sera présentée.

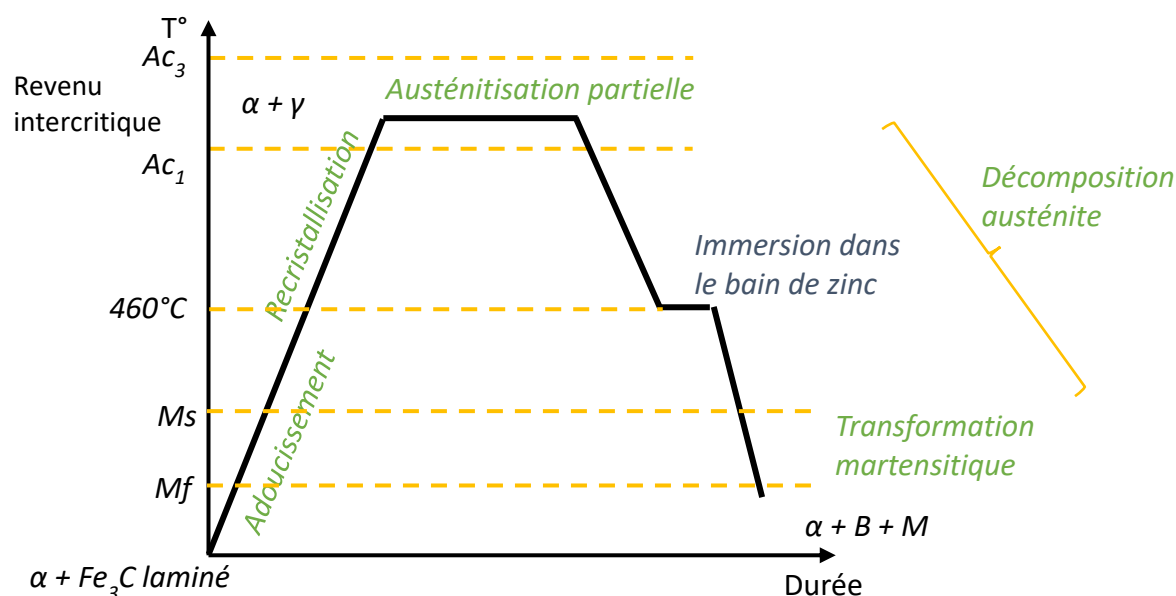


Figure 2-5 : Schéma typique d'un cycle thermique dans une ligne de galvanisation continue avec les transformations microstructurales associées à chaque étape

2.3.1 Chauffe initiale

En considérant un acier laminé à froid en début de cycle thermique, la microstructure est composée de ferrite et de perlite déformée. Une partie de l'énergie utilisée pour le laminage est stockée dans le matériau sous forme de dislocations et de défauts ponctuels. Le matériau est dans un état thermodynamique à plus haute énergie que l'équilibre (Hu, 2005; Mittemeijer, 2011). Cet état est métastable à température ambiante et l'énergie emmagasinée va permettre, en cours de chauffage, l'activation de processus microstructuraux à des températures plus basses ou avec une cinétique plus rapide que ce qui est prévu en partant d'une microstructure à l'équilibre. On peut distinguer plusieurs étapes au cours de la phase de chauffe initiale : l'annihilation et le réarrangement des dislocations, un réarrangement des sous-grains puis la germination de grains de ferrite et la recristallisation de la ferrite pour aboutir à l'austénitisation quand la température limite basse du revenu intercritique est dépassée (Li et al., 2013). Ces mécanismes se mettent successivement en place, se superposent, et peuvent même se substituer l'un à l'autre en fonction de la cinétique de chauffage et de la température de revenu.

Les deux premiers mécanismes actifs sont le réarrangement des dislocations et des sous-grains, pendant lesquels les joints de grains sont très peu mobiles. Les sous-grains croissent en taille par déplacement préférentiel des joints à faible désorientation (*low-angle tilt boundary*). Ces deux mécanismes constituent la restauration (Hu, 2005).

À une température plus élevée, la recristallisation commence. Dans le cas d'un acier déformé à froid, il n'est thermodynamiquement pas possible (énergie de Gibbs et taille critique de la particule de nucléation trop importantes) d'avoir une germination de ferrite aux joints de grains. Les nouveaux grains de ferrite se forment soit par la coalescence de sous-grains soit par la croissance de l'un d'entre eux, en général un grain de ferrite déjà restauré, qui s'accroît au détriment d'une zone encore écrouie. La différence d'orientation entre le grain en cours de croissance et le grain écroui doit être forte pour considérer cela comme de la recristallisation. Les nombreuses dislocations fournissent l'énergie et permettent la mobilité du joint de grain. Ainsi une plus grande déformation à froid favorisera la recristallisation grâce à une plus grande énergie d'écrouissage disponible. Comme ces processus demandent du temps et un niveau élevé de température pour s'accomplir, la vitesse de chauffage a un effet important (Huang, Poole, & Militzer, 2004).

La fraction recristallisée peut être suivie grâce à la mesure de la dureté qui est bien corrélée, la restauration n'ayant qu'un effet marginal selon Huang et coll. (Huang et al., 2004) :

$$X = \frac{H_0 - H}{H_0 - H_{\text{Rex}}} \quad (5)$$

avec X : la fraction recristallisée, H_0 : la microdureté initiale de la ferrite, H : la microdureté mesurée et H_{Rex} : la microdureté de l'acier complètement recristallisé.

Les auteurs ont validé cette relation avec un acier TRIP de type Fe-C-Mn-Mo laminé à froid avec un revenu à 680°C.

Une augmentation de la vitesse de chauffage augmentera la température de début de recristallisation et encore plus celle de fin de recristallisation ainsi que le montre la Figure 2-6 issue des travaux de Li (Li et al., 2013). Selon la vitesse de chauffage, la recristallisation peut être complète ou non avant d'atteindre la température du revenu intercritique Ac_1 .

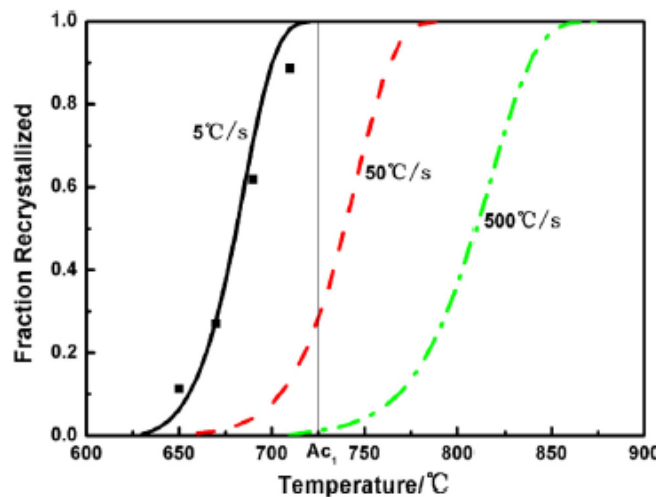


Figure 2-6 : Cinétique de recristallisation et modèle de prédiction pour un acier DP590 (Li et al., 2013), les points représentent les données expérimentales alors que les lignes représentent le modèle

Avant de clore l'étape de la recristallisation, il faut aborder l'austénitisation en raison de la forte interaction existant entre les deux phénomènes. La fraction recristallisée de la ferrite joue un rôle

primordial sur la morphologie, la dispersion et la taille des grains d'austénite (Mohanty et al., 2011). Ainsi une vitesse de chauffage élevée favorisera la formation d'austénite en bande. La Figure 2-7 illustre l'effet de la vitesse de la répartition et la morphologie de l'austénite avec différentes vitesses de chauffage. Ceci est principalement dû au fait que la germination de l'austénite se fera préférentiellement aux joints des grains de ferrite encore allongés (Peranio et al., 2010) en raison du différentiel d'énergie entre les grains recristallisés et ceux qui sont encore écrouis. L'historique du laminage et des bandes est ainsi conservé.

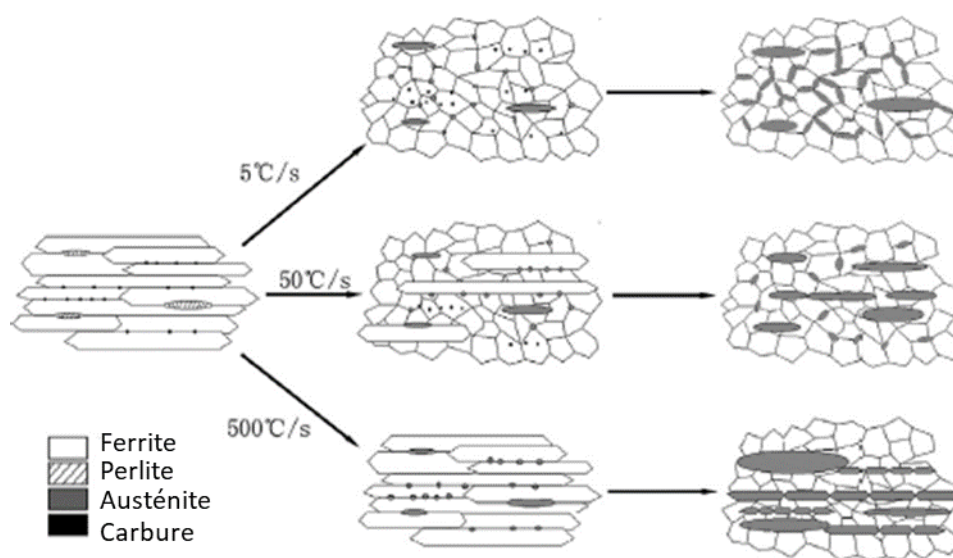


Figure 2-7 : Impact de la vitesse de chauffage sur la microstructure et l'apparition de structure en bande, adapté de (Li et al., 2013)

L'amélioration des propriétés mécaniques passe entre autres par un raffinement de la taille des grains de ferrite et martensite comme le montre la Figure 2-8. Plusieurs courbes de traction pour différentes tailles des grains sont tracées; une diminution de la taille permet d'atteindre des résistances mécaniques plus élevées (Calcagnotto et al., 2010). Pour générer une microstructure fine, la microstructure initiale de l'acier doit être la plus fine possible afin de maximiser les zones favorables à la germination. Pour préserver une fine microstructure, taille de grain inférieure à 5µm, le traitement thermique doit être rapide pour éviter que la recristallisation mène à une restauration complète de la ferrite et à un grossissement de la taille des grains. Pour autant, une

vitesse de chauffage élevée peut mener à des grains d'austénite moins nombreux et plus gros en raison du faible temps laissé au carbone pour diffuser sur de longues distances réduisant ainsi le nombre de sites de nucléation. De plus, les grains nouvellement formés ont une direction préférentielle de croissance des grains dans le sens de laminage en raison des joints de grains de ferrite qui stockent plus de carbone (Mohanty et al., 2011) conduisant à une microstructure en bandes avec des grains d'austénite plus gros.

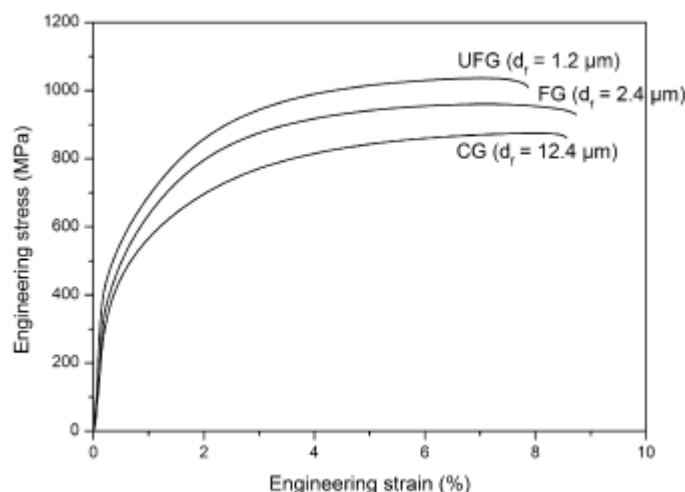


Figure 2-8 : Courbe de traction illustrant l'effet du raffinement de la taille des grains de ferrite pour un acier DP (Calcagnotto et al., 2010); UFG : grain ultra-fin (Ultra Fine Grain); FG : grain fin (Fine Grain); CG : gros grain (Coarse Grain)

2.3.2 Revenu intercritique — Austénitisation

Lorsque la température atteint le domaine intercritique, l'austénite commence à se former. Trois étapes dans la formation de l'austénite peuvent être distinguées. Ces étapes ont été illustrées par Speich, Demarest et Miller dans la Figure 2-9. Les schémas montrent l'évolution de l'interface des phases ferrite, perlite et austénite ainsi que la concentration du carbone et du manganèse dans les phases (Huang et al., 2004; Speich, Demarest, & Miller, 1981; Yang, Brown, Matlock, & Krauss, 1985).

La première étape est quasi instantanée et correspond à la germination et à la croissance initiale des grains d'austénite dans les zones à forte concentration en carbone, c'est-à-dire les zones perlitiques et celles où la cémentite s'est sphéroïdisée (Rocha, Melo, Pereloma, & Santos, 2005).

En effet, l'austénite nécessite une plus grande concentration de carbone, cette quantité nécessaire diminuant lorsque la température augmente. Sur la Figure 2-9, cela correspond au schéma 1.

La deuxième étape de l'austénitisation débute aux joints de grains préférentiellement dans une zone non recristallisée. La croissance des grains d'austénite nécessite la diffusion du carbone vers les zones austénitiques (Speich et al., 1981). Le processus de diffusion est un phénomène relativement lent dépendant de la température et de la chimie de l'acier. Speich et al. ont évalué sur un acier à 1,5% Mn et [0,06 et 0,20]% C avec des grains d'environ 20 μm pour des durées comprises entre 9 secondes à une température de 850°C et 4 heures à une température inférieure à 780°C. Sur la Figure 2-9, cela correspond aux schémas 2a et 2b.

La troisième et dernière étape correspond à la diffusion du manganèse. Sur la Figure 2-9, cela correspond au schéma 3. Ce phénomène est plus lent que les deux autres à se mettre en place en raison de la vitesse de diffusion plus faible du manganèse. Dans le cas d'un traitement thermique en continu d'une ligne de galvanisation, la durée du traitement thermique est trop courte pour que cela soit observé.

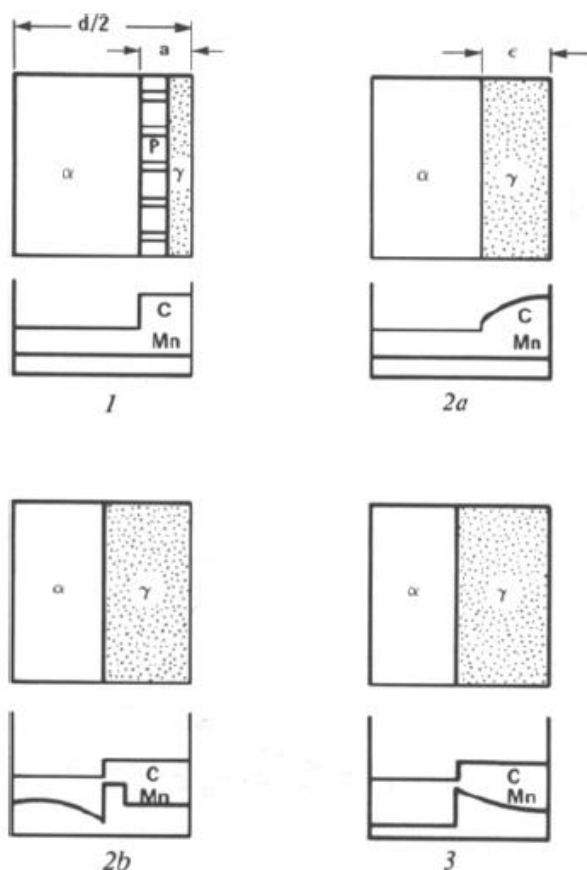


Figure 2-9 : Schéma décrivant les 3 étapes de la croissance de l'austénite au cours d'un revenu intercritique dans un acier ferrite-perlite. 1) dissolution de la perlite; 2a) croissance de l'austénite avec la diffusion du carbone dans l'austénite; 2b) croissance de l'austénite avec la diffusion du manganèse dans la ferrite; 3) équilibre final avec diffusion du manganèse dans l'austénite (Speich et al., 1981)

La proportion d'austénite formée dépendra de la température de revenu; une température plus élevée augmente le ratio austénite / ferrite.

Pour un procédé de traitement en continu, les évolutions de température sont trop rapides et les durées trop courtes pour prédire la microstructure finale en se basant sur le ratio des deux phases à l'équilibre. Il n'est pas possible non plus d'utiliser les équations de para-équilibre, qui considèrent l'équilibre du carbone, mais pas celui des éléments d'alliage (Huang et al., 2004). Comme pour la recristallisation, une augmentation de la vitesse de chauffage accroît la température d'austénitisation et retarde donc le début de l'austénitisation. La Figure 2-10 montre, pour un acier

DP de type C-Mn-Si, l'évolution de la fraction volumique prédite à l'équilibre et para-équilibre par Thermocalc et la fraction mesurée par dilatométrie. Cela met en évidence un écart significatif entre les équations et les valeurs mesurées. De plus, l'effet de la vitesse de chauffage est visible avec un décalage significatif entre 10°C/s et 100°C/s.

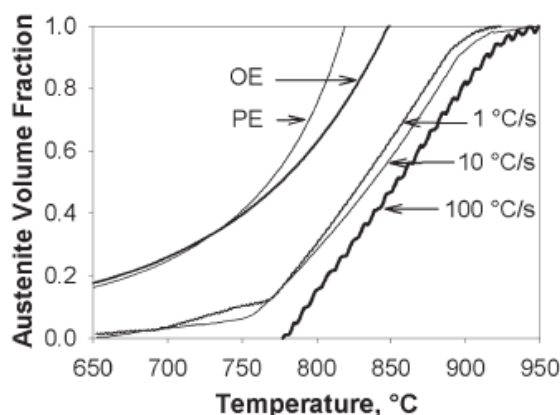


Figure 2-10 : Effet de la vitesse de chauffage sur la cinétique de formation de l'austénite pour un acier TRIP laminé à froid de type C-Mn-Si et comparaison par rapport aux prédictions d'un modèle orthoéquilibré (OE) et paraéquilibré (PE), adapté de (Huang et al., 2004)

Un revenu intercritique à une température basse (près de la limite inférieure de température du domaine intercritique) sera plus sensible à la vitesse de chauffage. En effet si la ferrite est encore en cours de recristallisation, alors les joints de grains sont en mouvement, et il en résulte que la germination de l'austénite n'est pas favorisée (Huang et al., 2004). La Figure 2-11 montre l'évolution de la fraction volumique d'austénite formée au cours du temps à deux températures de maintien. Cette figure met en évidence l'effet plus important de la vitesse de chauffage sur la cinétique de formation de l'austénite quand la température de revenu est plus faible. La différence de fraction d'austénite formée pour un même temps de revenu et deux vitesses de chauffage différentes est plus importante à plus basse température de revenu.

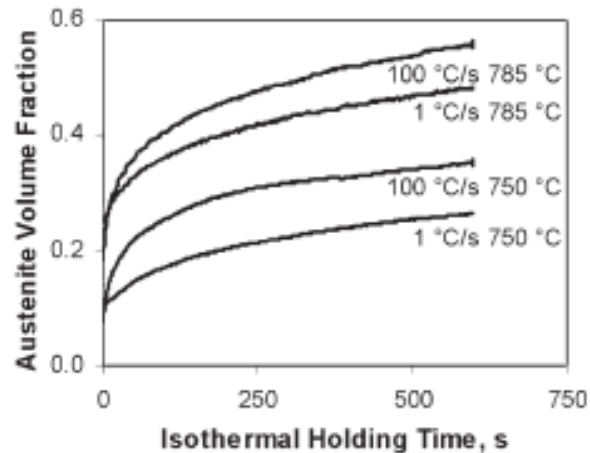


Figure 2-11 : Cinétique de formation de l'austénite en maintien isotherme pour 2 températures de revenu intercritique et 2 conditions de chauffage, pour un acier TRIP C-Mn-Si laminé à froid, adapté de (Huang et al., 2004)

2.3.3 Refroidissement

L'étape suivant le revenu intercritique est le refroidissement jusqu'à la température du bain de zinc liquide, soit 460°C. Le refroidissement peut être conduit en une ou plusieurs étapes et n'est pas nécessairement l'équivalent d'une trempe. Il a été montré que la fraction volumique initiale d'austénite est supérieure à la fraction volumique finale de martensite observée. La Figure 2-12 donne l'exemple d'un acier DP qui a subi un revenu de 20 minutes à 785°C. Le diagramme donne la fraction volumique de chaque phase à l'issue du refroidissement en fonction de la vitesse de refroidissement. La fraction s'obtient en lisant la taille de la plage du diagramme (Krauss & Thompson, 1995; Thompson, Colvin, & Krauss, 1996).

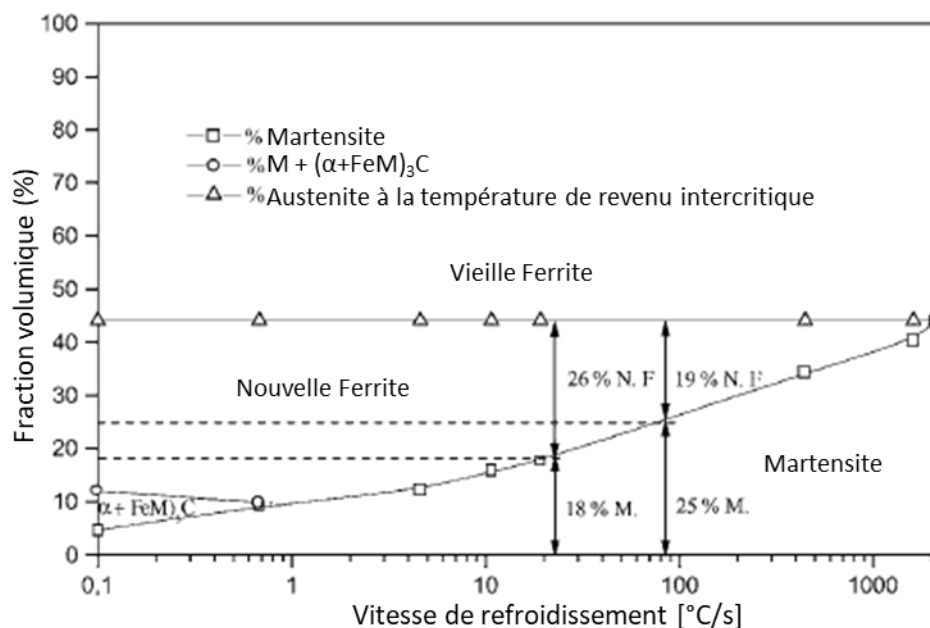


Figure 2-12 : Diagramme montrant la microstructure d'un acier DP après un revenu à 785°C durant 20 minutes, Vieille ferrite correspond à la ferrite à l'issue du revenu intercritique, Nouvelle ferrite (N.F.) correspond à la ferrite formée au cours du refroidissement, $\alpha + (FeM)_3C$ correspond à la perlite, adapté de (Erdogan, 2002)

À partir du moment où la température descend plus bas que A_{c1} , l'austénite commence à se décomposer. Les microstructures associées à une vitesse de refroidissement décroissante sont : martensite, bainite, ferrite fine de type aciculaire jusqu'à de la ferrite polygonale. La Figure 2-13 est une courbe de refroidissement continu pour un HSLA (Krauss & Thompson, 1995; Lottey, 2004; Petkov, 2004). Une vitesse de refroidissement faible engendre des grains de ferrite grossiers et une augmentation de la vitesse de refroidissement réduit la taille des grains et augmente la germination de ferrite et de martensite. Les températures de transformation varient également selon la vitesse de refroidissement. Il a été observé que la ferrite se forme préférentiellement en périphérie des grains d'austénite grâce à une concentration en éléments d'alliage plus faible (Mohanty et al., 2011). Lorsque la ferrite se forme, elle rejette le carbone dans l'austénite restante et ainsi ralentit la décomposition du grain restant et favorise la transformation martensitique.

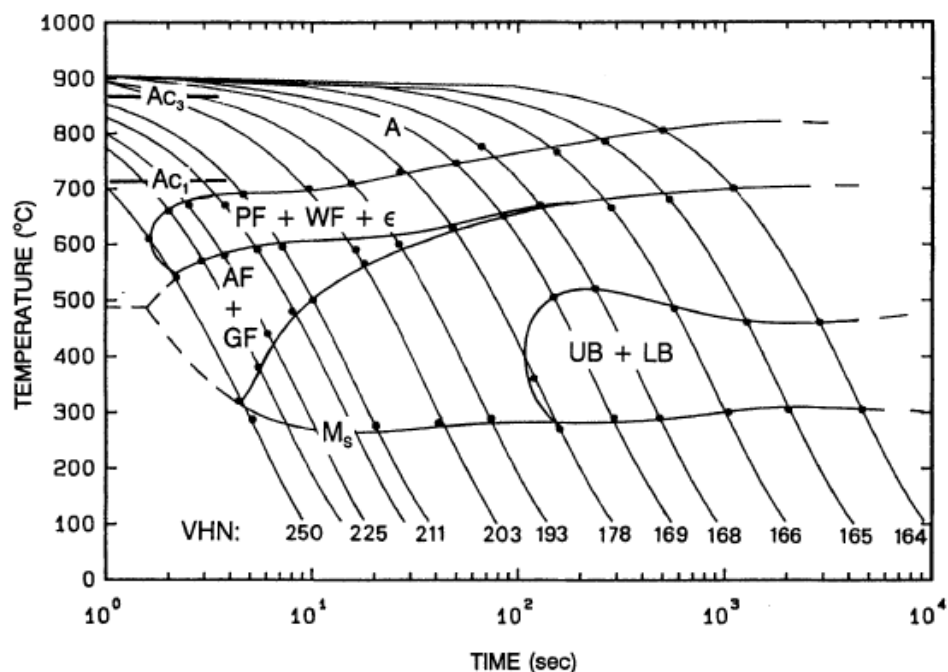


Figure 2-13 : Courbe de refroidissement continu pour le HSLA 80 (Thompson et al., 1996), A : austénite, PF : ferrite polygonale, WF : ferrite de Widmanstätten, ϵ : cuivre ϵ , AF : ferrite aciculaire, GF : ferrite granulaire, UB : bainite supérieure, LB : bainite inférieure, M : martensite

La manière dont se décompose l'austénite est influencée par les étapes précédentes du traitement thermique notamment par la vitesse de chauffage, la température et la durée du revenu intercritique (Girina, Fonstein, & Bhattacharya, 2003). L'austénite formée avec une vitesse de chauffage plus faible ou une durée de revenu plus longue aura une microstructure plus homogène, ce qui favorisera la bainite. À l'inverse, une microstructure plus hétérogène, à cause notamment d'une vitesse de chauffage plus rapide, favorisera la formation de ferrite en périphérie des grains d'austénite (Figure 2-14). Cette nouvelle ferrite crée, lors de la transformation martensitique, plus de dislocations pour accommoder le changement volumique lié au changement austénite / martensite.

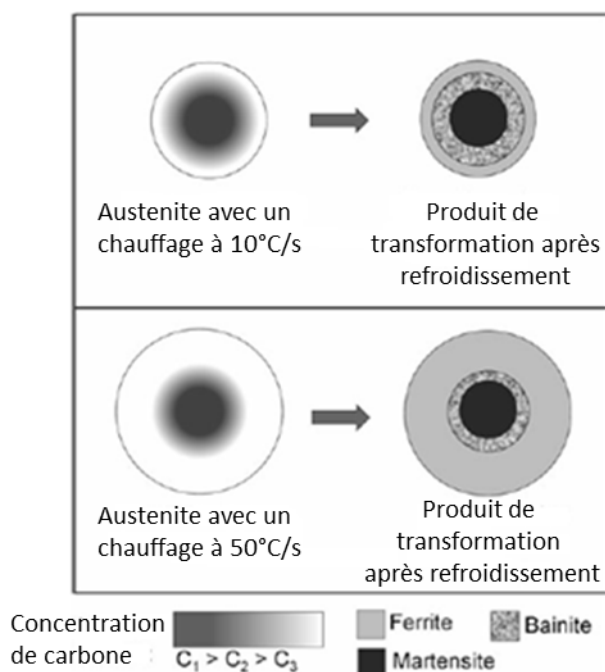


Figure 2-14 : Schéma de la décomposition de l'austénite au cours d'un refroidissement à 10°C/s en fonction de la vitesse de chauffage, adapté de (Mohanty et al., 2011)

2.4 Microstructure et propriétés mécaniques

Après avoir traité l'évolution de la microstructure au cours du traitement thermique, l'effet de différentes microstructures sur les propriétés mécaniques sera abordé.

La limite d'élasticité et la résistance mécanique augmentent avec la fraction de martensite et avec la concentration en carbone dans la martensite, cependant l'effet secondaire est une baisse de la ductilité (Tasan et al., 2015). Le comportement des résistances mécaniques s'explique dans la littérature étant un effet de type « composite » dû à la présence de particules dures dans une matrice molle (Korzekwa et al., 1980).

Le raffinement de la taille des grains augmente les résistances mécaniques sans pour autant être préjudiciable à la ductilité (Calcagnotto et al., 2010). En première analyse, l'augmentation est liée à la taille des grains selon la loi de Hall-Petch. La taille des grains de ferrite a été mise en évidence comme un paramètre primordial de l'équation pour la limite d'élasticité; car les dislocations se créent, se déplacent et interagissent dans les grains de ferrite plus mous. La taille des grains de

ferrite en définit le libre parcours moyen (Jiang, Guan, & Lian, 1995). Comme corollaire, le raffinement de la taille des grains produit une augmentation du taux de consolidation (*strain hardening rate*) lié à l'interaction plus forte entre les dislocations provenant de chaque joint entre ferrite et martensite et du plus faible chemin qu'elles parcourent. Enfin, le raffinement de la taille des grains permet d'atteindre une plus grande concentration de carbone dans l'austénite (distance de diffusion du carbone plus petite) et donc dans la martensite, et par là même une plus grande résistance mécanique. La baisse de ductilité attendue est moins marquée dans ce cas-là et quelques données laissent à penser que la ductilité augmente (Pierman, Bouaziz, Pardoën, Jacques, & Brassart, 2014). La taille des grains joue aussi sur la manière dont la martensite se comporte : pour les grains grossiers (12,4 μm), la plastification provient seulement de la ferrite y compris dans la zone de striction, à l'inverse pour les microstructures fines (2,4 & 1,2 μm) la martensite se déforme plastiquement avant la striction (Calcagnotto et al., 2010).

La répartition et la morphologie des différentes phases, ferrite et martensite, ont un rôle primordial sur les propriétés atteintes et la manière dont l'acier se comporte à la déformation. Pour une composition et une fraction volumique de martensite donnée, une microstructure équiaxe donne des résistances mécaniques plus élevées, mais une ductilité plus faible par rapport à une microstructure où la martensite est allongée et finement dispersée quand elle est sollicitée dans le sens de l'allongement. Ce phénomène s'explique par l'effet d'ancrage continu qu'exerce la martensite équiaxe sur l'écoulement plastique de la ferrite (Pierman et al., 2014).

Lors du refroidissement, la formation de la ferrite par décomposition de l'austénite est bénéfique, car elle permet d'affiner la taille des grains de ferrite et des grains d'austénite avant que l'austénite restante ne se transforme en martensite. L'austénite est stabilisée par une concentration en carbone plus élevée.

Des résultats microstructuraux et des propriétés mécaniques en fonction de la température de revenu intercritique sont proposés par de nombreux auteurs. Dans le cadre de ce projet, nous étudions le comportement des aciers DP de grade 980 (DP980) laminé à froid, c'est-à-dire conçu pour atteindre une résistance mécanique supérieure à 980 MPa, dont le revenu intercritique a une durée inférieure à deux minutes. Malgré l'absence de restriction concernant la composition de l'acier, aucune source n'a été trouvée qui répondait aux critères de grade et de durée du revenu intercritique.

Le Tableau 2-1 regroupe les résultats de trois articles (Mazaheri et al., 2015; Pan, Di, Jiang, & Bao, 2014; Zhang, Di, Deng, & Misra, 2015) qui ont étudié la variation de la température de revenu sur les propriétés mécaniques pour des aciers DP laminés à froid. Le tableau récapitule le grade de l'acier DP utilisé, les paramètres du traitement thermique et les principaux résultats mécaniques et microstructuraux. La taille des grains n'a pas été évaluée dans les articles. La Figure 2-15 représente graphiquement l'évolution des propriétés mécaniques pour ces 3 articles.

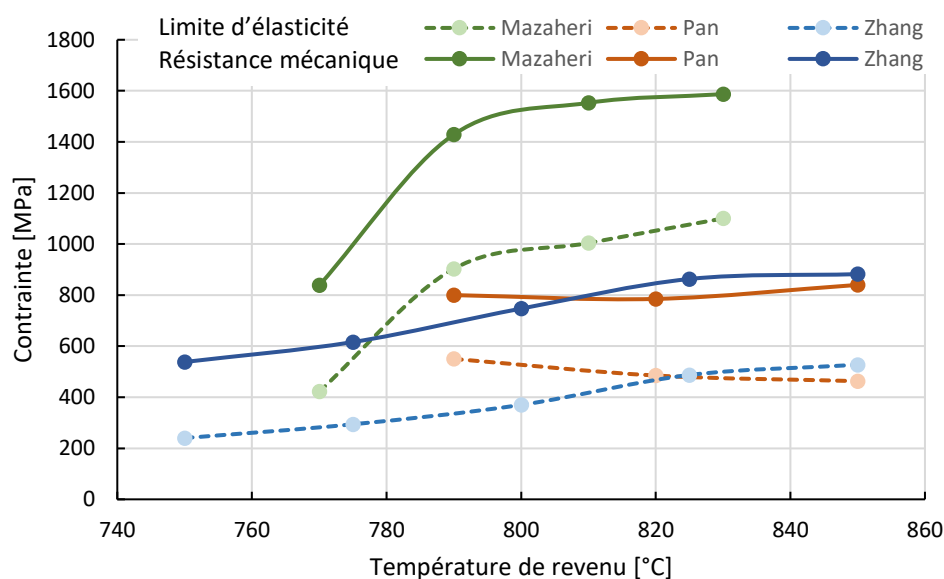


Figure 2-15 : Évolution de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique selon la température de revenu

On constate que les résultats de Pan sont en contraste avec les deux autres articles concernant l'évolution des propriétés mécaniques. Une hypothèse pour expliquer ce comportement serait le refroidissement. En effet, les tests effectués par Mazaheri et Zhang ont été trempés à l'eau et représentent la fraction volumique de l'austénite à haute température. La trempe à l'eau empêche une décomposition de l'austénite en ferrite. Ainsi, l'absence de décomposition de l'austénite engendre une fraction volumique de martensite plus importante pour le grade d'acier le plus faible. Or dans un *dual phase*, la martensite apporte la résistance mécanique et ça explique pourquoi les propriétés des aciers DP780 (Pan) et DP590 (Zhang) sont aussi proches.

Tableau 2-1 : Résumé des conditions expérimentales et des résultats des articles (Mazaheri et al., 2015; Pan et al., 2014; Zhang et al., 2015)

Auteur	Acier	Traitement thermique	Résultats
Mazaheri	DP980	• Vitesse de chauffage : 1°C/s • Température de revenu : 770°C; 790°C; 810°C; 830°C • Temps de maintien : 8 minutes • Trempe à l'eau	• Limite d'élasticité croît de 422 MPa à 1100 MPa soit 160% d'augmentation. • Résistance mécanique croît de 838 MPa à 1587 MPa soit 83% d'augmentation. • Élongation à la rupture décroît de 20% à 12,6%. • Fraction volumique de martensite non mesurée.
Pan	DP780	• Vitesse de chauffage : 10°C/s • Température de revenu : 790°C; 820°C; 850°C • Temps de maintien : 30 secondes • Vitesse de refroidissement 12°C/s • Maintien de 12 s à 460°C pour simuler l'immersion dans le bain de zinc	• Limite d'élasticité décroît de 550 MPa à 463 MPa soit 18% de diminution. • Résistance mécanique varie de 800 MPa pour diminuer à 785 MPa puis augmenter jusqu'à 840 MPa. • Élongation à la rupture est stable à 18%. • Fraction volumique de martensite croît de 7% à 19,6%.
Zhang	DP590	• Vitesse de chauffage : ND • Température de revenu : 750°C; 775°C; 800°C; 825°C; 850°C • Temps de maintien : 2 minutes • Trempe à l'eau	• Limite d'élasticité croît de 471 MPa à 554 MPa soit 18% d'augmentation. • Résistance mécanique croît de 675 MPa à 880 MPa soit 30% d'augmentation. • Élongation à la rupture décroît de 16,8% à 8,3%. • Fraction volumique de martensite croît de 17,4% à 81,4%.

Une conclusion commune à tous les aciers est qu'une augmentation de la température de revenu intercritique accroît la fraction volumique de martensite; cependant cela n'implique pas forcément une augmentation des propriétés mécaniques.

2.5 Synthèse

Après avoir abordé la chimie et les propriétés caractéristiques des aciers *dual phase*; présenté une ligne industrielle typique de galvanisation en continu par trempage dans un bain de zinc fondu; les différents paramètres de cette ligne; et la problématique industrielle liée à l'emploi de nouveaux aciers biphasés, le Tableau 2-2 propose un résumé des aspects génériques de la microstructure à l'issue de chacune des étapes lors du traitement thermique. Le tableau est découpé en quatre colonnes qui reprennent les principales étapes du traitement thermique. Chacune de ces colonnes est également partagée en deux sections : la première décrit les principaux changements microstructuraux et cristallographiques et la deuxième, les phases et constituants en présence.

Le Tableau 2-3 propose une synthèse des effets attendus sur les mécanismes microstructuraux, les fractions volumiques des phases et la taille moyenne des grains pour une variation de température pour chacune des étapes du cycle thermique sans tenir compte des interactions entre les étapes.

Tableau 2-2 : Synthèse de l'évolution microstructurale et des propriétés mécaniques à l'issue de chaque étape du cycle thermique

État initial laminé à froid	Chauffage	Revenu intercritique	Refroidissement
Aspects microstructuraux et cristallographiques			
Nombreuses dislocations	• Annihilation des dislocations • Réarrangement des sous-grains • Croissance des sous-grains et des grains de ferrite • Les grains s'équiaxent	• Diffusion du carbone et du manganèse • Dissolution de la perlite et cémentite • Germination et croissance de l'austénite	• Création de dislocation dans la ferrite • Diffusion du carbone • Germination de nouveaux grains de ferrite • Transformation martensitique
Phases et constituants			
Ferrite — Perlite déformée	Ferrite — Perlite	Austénite — Ferrite	Ferrite — Martensite

Tableau 2-3 : Synthèse des modifications attendues sur la microstructure et les constituants selon l'altération du traitement thermique

Modification	Chauffage	Revenu Inter critique	Refroidissement
Augmentation de la vitesse de chauffage ou Augmentation de la température ou Augmentation de la vitesse de refroidissement	• Réduction de la restauration • Réduction de l'homogénéité chimique • Augmentation de la température de début de recristallisation	• Diffusion du carbone et des éléments d'alliage plus rapide • Augmentation de la température d'austénitisation • Croissance des grains d'austénite plus élevée	• Faible diffusion du carbone et des éléments d'alliage • Transformation martensitique favorisée
	• Fraction volumique des grains écrouis et déformés plus élevée • Fraction volumique des grains recristallisés plus faible	• Fraction volumique d'austénite plus élevée • Tendance de l'austénite à croître dans le sens de laminage (en bande)	• Fraction volumique de la martensite plus élevée
	• Taille des grains stable	• Affinement de la taille des grains	• Taille des grains stable
Diminution de la vitesse de chauffage ou Diminution de la température ou Diminution de la vitesse de refroidissement	• Restauration favorisée • Croissance des grains de ferrite favorisée	• Diffusion du carbone plus lente • Croissance des grains de ferrite favorisée	• Diffusion du carbone et des éléments d'alliage favorisée • Décomposition de l'austénite en de nouveaux grains de ferrite • Concentration en carbone plus élevée dans la martensite
	• Fraction volumique des grains recristallisés plus élevée	• Fraction volumique d'austénite plus faible	• Fraction volumique de martensite plus faible
	• Taille des grains de ferrite plus élevée	• Taille des grains de ferrite plus élevée	• Affinement de la taille des grains

La revue de littérature a mis en évidence l'évolution de la microstructure au cours du traitement thermique. Dans le cas spécifique de la galvanisation en continu, le traitement thermique est contrôlé par la pyrométrie qui est une méthode sensible à l'état de surface. Or il a été montré (Thiessen et al., 2010) qu'il y aura une modification de l'état de surface notamment par oxydation et donc un biais dans la mesure de température. Ce biais produit une variation du cycle thermique qui aura un impact sur la constitution finale de la microstructure et par conséquent sur les propriétés mécaniques attendues.

Ce qui amène à poser la question de recherche principale du mémoire :

Quel est l'écart de température maximale acceptable au cours du revenu intercritique pour que les propriétés mécaniques d'un acier galvanisé DP980 et HSLA demeurent supérieures aux limites de la norme ASTM A653 et A1079 ?

Et en faisant le lien avec la méthode de mesure de la température par pyrométrie :

Quelle est la précision requise de l'émissivité spectrale pour demeurer dans la plage de température admissible ?

L'effet attendu d'une modification de 50°C par rapport à 800°C (c'est-à-dire la température maximale du revenu intercritique) est plus grand qu'une modification de la vitesse de chauffage avec le même ordre de grandeur relatif (6,25%). Dans la littérature, il n'a pas été trouvé d'étude mesurant l'effet de la modification de la vitesse de chauffage avec un coefficient inférieur à 2. Il en résulte que l'erreur de la mesure de température par pyrométrie correspond plus une incertitude sur la température du revenu intercritique que sur une variation de la vitesse de chauffage.

L'impact de l'altération du cycle thermique ne sera pas exactement le même pour chaque acier bien que les effets suivent les mêmes tendances pour tous les aciers biphasés. Chaque acier est particulier en raison de sa chimie et de sa microstructure initiale.

CHAPITRE 3 DÉMARCHE DE L'ÉTUDE

En 2013, un programme de recherche est initié en partenariat avec l'Association Internationale du Zinc (*International Zinc Association*, IZA) et plus précisément le sous-groupe Partenariat de Carrosserie Automobile Galvanisée (*Galvanized Autobody Partnership*, GAP). Ce programme vise à explorer les conséquences de l'évolution de l'état de surface sur l'émissivité et conséquemment sur le cycle thermique. Corollairement, l'effet sur les propriétés mécaniques et sur la qualité du revêtement de zinc. Ce programme est organisé comme le montre la Figure 3-1

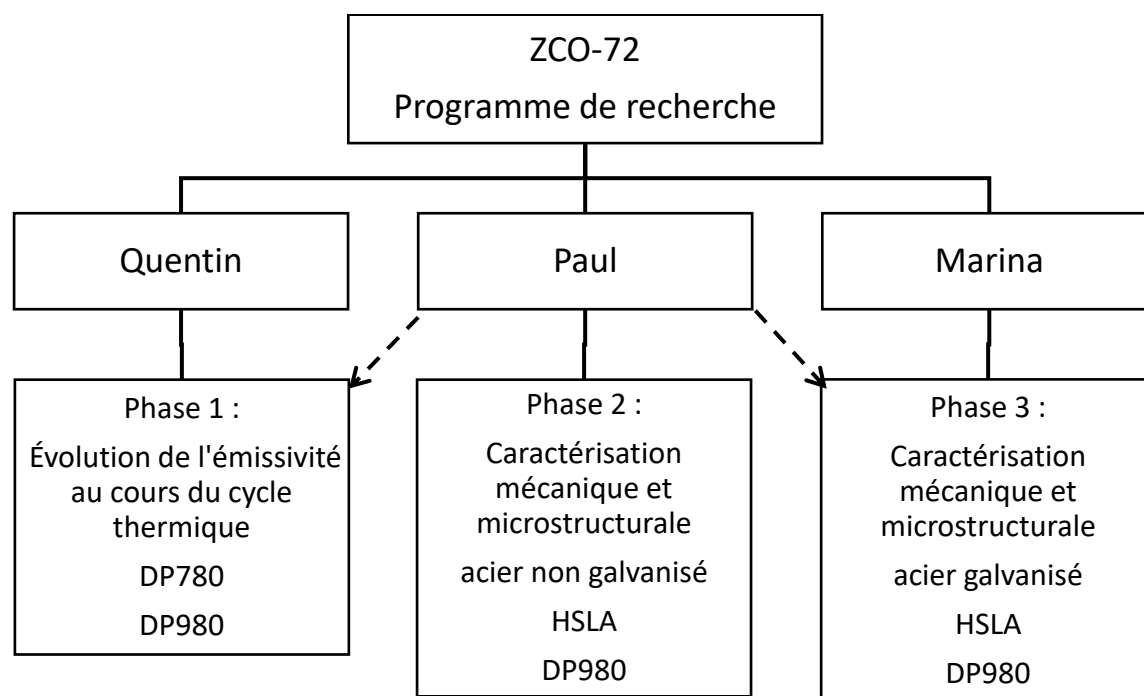


Figure 3-1 : Organisation du programme de recherche entre les principaux étudiants impliqués et les phases

Cette section détaille les objectifs spécifiques de l'étude présentée dans ce mémoire; la démarche suivie pour le choix des aciers, le choix des traitements thermiques et des conditions environnementales; le phasage du projet et enfin les méthodes mises en œuvre pour caractériser les propriétés, la microstructure et l'évolution de l'état de surface.

3.1 Objectifs de l'étude

Dans le cadre du projet, cette étude comprend les objectifs spécifiques suivants :

1. Qualifier l'évolution de l'oxydation de surface au cours du traitement thermique représentatif de celui suivi dans une ligne de galvanisation.
2. Caractériser la microstructure des aciers ayant subi un cycle thermique altéré selon une déviation typique des indications pyrométriques.
3. Caractériser les propriétés mécaniques des aciers ayant subi un cycle thermique altéré selon une déviation typique des indications pyrométriques.
4. Confirmer une plus grande sensibilité des propriétés mécaniques des aciers DP aux écarts de température par rapport aux HSLA.

3.2 Choix des aciers

La sélection des aciers pour le projet d'ensemble a été faite avec les partenaires industriels. Ont été retenus un acier de types HSLA grade 50 et deux aciers biphasés [*dual phase*, DP] : un grade DP780 et un grade DP980; les trois sont laminés à froid. Les grades des aciers DP ont été choisis en raison de leur résistance mécanique élevée et de leur utilisation croissante dans les lignes de galvanisation pour le secteur automobile. Le HSLA a été retenu pour servir de base de comparaison, c'est un acier à propos duquel les industriels ont de bonnes connaissances et qu'ils considèrent comme moins sensible aux variations de température. Actuellement, l'acier DP980 est produit seulement en laminage à froid. Afin de conserver un état de surface semblable entre les aciers étudiés, le choix du laminage à froid a été retenu pour les autres aciers.

Pour la portion du programme de recherche abordée dans ce mémoire, l'étude s'est portée sur les seuls aciers biphasés HSLA et DP980. Le choix du grade de l'acier DP a été fait en s'appuyant sur l'hypothèse que la sensibilité des propriétés mécaniques et de la microstructure à la température est plus grande quand les propriétés mécaniques sont plus élevées.

Le projet a été réalisé avec un lot de HSLA, un lot de DP780 et deux lots de DP980. La composition chimique des aciers a été vérifiée par spectrométrie selon la méthode normalisée ASTM E415-14. Les résultats ne peuvent pas être présentés pour des raisons de confidentialité. Le Tableau 3-1 présente les valeurs de référence maximale indiqué par les normes ASTM. Pour mieux appréhender la composition chimique de chaque acier, il est proposé d'utiliser la notion de carbone équivalent,

calculé selon l'équation de Yurioka (Yurioka, 2013), et le rapport Mn/Si. Le rapport Mn/Si a été utilisé pour caractériser la formation des oxydes à la surface selon le point de rosée pour les aciers *dual phase* (Suzuki, Y., Yamashita, Sugimoto, Fujita, & Yamaguchi, 2009). Ces deux paramètres sont indiqués dans le Tableau 3-2. La composition de l'acier HSLA ne respecte pas la norme ASTM A653 (ASTM, 2017b), la teneur du manganèse est trop élevée. C'est une composition spécifique à l'aciériste qui permet d'atteindre les propriétés mécaniques désirées. Le lot d'acier DP780 et les deux lots d'acier DP980 respectent la norme ASTM A1079 (ASTM, 2017c). Le faible écart de composition entre les deux lots de DP980 ne devrait pas être perceptible sur les résultats. L'épaisseur des tôles réceptionnées varie selon le grade de l'acier et étonnamment les deux lots de DP980 ont aussi des épaisseurs différentes (Tableau 3-3).

Les aciers ont été reçus bruts de laminage ou galvanisés. L'état pour chacun des aciers est indiqué dans le Tableau 3-4. Les aciers reçus galvanisés, c'est-à-dire galvanisé dans une ligne en continue, permettent de valider le traitement thermique et la méthode utilisée.

Tableau 3-1 : Limite supérieure de composition en %massique des normes auxquelles les aciers se rapportent

	C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu	Ti
HSLA ASTM A653	0,20	1,20	-	-	0,035	0,15	0,16	0,20	0,20	>0,01
DP780 ASTM A1079	0,18	5,40		0,080	0,015	1,40		0,50	0,20	0,35
DP980 ASTM A1079	0,23	6,00		0,080	0,015	1,40		0,50	0,20	0,35

Tableau 3-2 : Carbone équivalent et rapport Mn/Si des aciers

Acier	y _{C,eqt} [%]	Mn/Si
HSLA	0,47	-
DP780	0,55	11,3
DP980	0,71	4,5

Tableau 3-3 : Épaisseur des tôles

HSLA	DP980 – 1	DP980 – 2
1,8 mm	1,2 mm	1,5 mm

Tableau 3-4 : État des aciers à leur réception

Acier	HSLA	DP780	DP980 – 1	DP980 – 2
Brut de laminage	X	X	X	X
Galvanisé	X		X	

3.3 Choix des cycles thermiques et des conditions environnementales

3.3.1 Cycles thermiques nominaux

Les aciers reçus des partenaires sont associés à des cycles thermiques montrés à la Figure 3-2. Ces cycles thermiques sont spécifiques à chacun des aciers et à la ligne de galvanisation dans laquelle ils sont traités. Les cycles montrés terminent à l'entrée du bain de galvanisation. Les informations concernant la durée d'immersion et l'évolution de la température à la sortie du bain sont manquantes. De plus, il n'est pas connu si la température est contrôlée après la galvanisation.

Les traitements thermiques du HSLA et de l'acier DP780 présentent de nombreuses ressemblances : la durée totale du traitement, le chauffage et la durée du revenu intercritique. La principale différence entre les deux cycles concerne la température maximale.

Le cycle thermique de l'acier DP980 possède des caractéristiques différentes par rapport aux deux autres cycles. Sa durée est environ deux fois plus courte que les deux autres aciers, il n'y a pas de maintien en température et sa vitesse de chauffage est environ trois fois plus rapide. La température maximale atteinte est similaire au traitement thermique du HSLA.

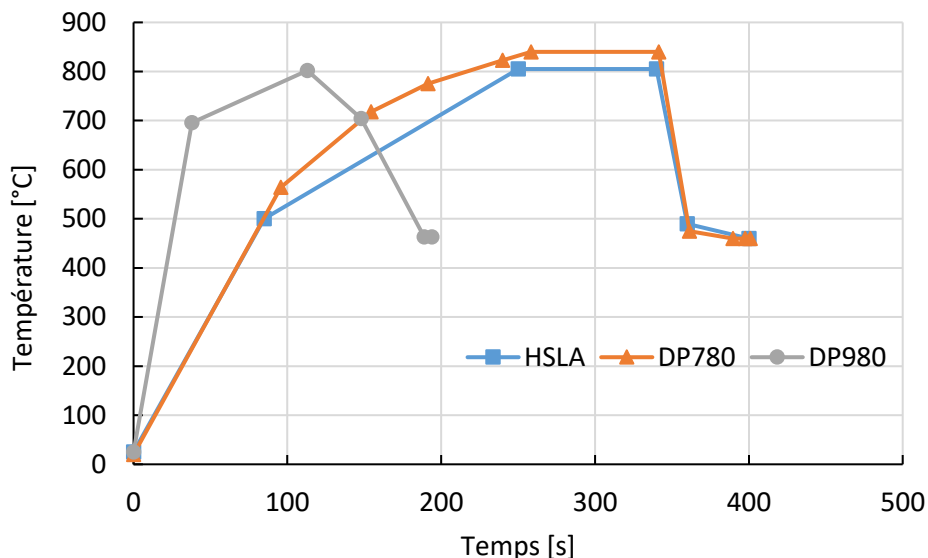


Figure 3-2 : Cycles thermiques tels que fournis par les industriels pour les 3 aciers étudiés

Afin de répondre aux objectifs spécifiques du projet, il a été défini plusieurs cycles thermiques. Dans cette section, il sera expliqué le choix des cycles thermiques et ce qu'ils représentent.

3.3.2 Cycles thermiques interrompus

En se référant aux expériences menées par Thiessen (Thiessen et al., 2010), l'altération de la lecture de la température, issue de la modification de l'émissivité et de l'état de surface, se fait progressivement au cours du cycle thermique. Pour caractériser l'évolution de l'état de surface, il faut interrompre le cycle thermique et refroidir suffisamment vite le matériau pour figer l'état de surface tel qu'il est à haute température. La caractérisation à température ambiante permet également d'avoir un état plus stable dans le temps.

À partir des cycles thermiques fournis par les industriels, deux moments intermédiaires sont définis, A et B tel que montré à la Figure 3-3. Le traitement thermique est interrompu à ces deux moments en refroidissant l'acier à une vitesse comprise entre 20 et 40°C.s⁻¹ jusqu'à une température de 100°C. Ces interruptions ont été choisies pour représenter des étapes particulièrement significatives du traitement thermique comme la température maximum du revenu intercritique et la température juste avant le refroidissement rapide.

L'interruption en A permet d'évaluer le DP980 lorsque la température maximale est atteinte. Cette position intègre l'effet du chauffage et permet d'évaluer l'écart possible sur la température

maximale. Cette température est primordiale pour la génération de l'austénite dont la proportion doit être contrôlée. Pour le DP780, cette étape correspond à une étape intermédiaire du chauffage dont la durée et la température sont les plus proches pour faire une comparaison avec le DP980.

L'interruption *B* pour le DP980 permet d'observer l'état de surface à l'issue du revenu intercritique et donc éventuellement d'estimer l'écart maximal d'émissivité et de température. Pour le DP780, l'interruption *B* correspond à la fin du chauffage.

Enfin un cycle dénommé *Full* correspond à l'état juste avant de rentrer dans le bain de zinc fondu pour le DP980 et à l'issue du revenu pour le DP780.

Un cycle *Long* pour le DP980 a été ajouté à la suite des premiers résultats d'émissivité qui n'ont montré qu'une faible variation entre l'état initial et l'état après un cycle thermique *Full*. Il correspond à un revenu avec une durée de 20 minutes et cherche à amplifier l'effet de la température sur l'état de surface et notamment l'oxydation.

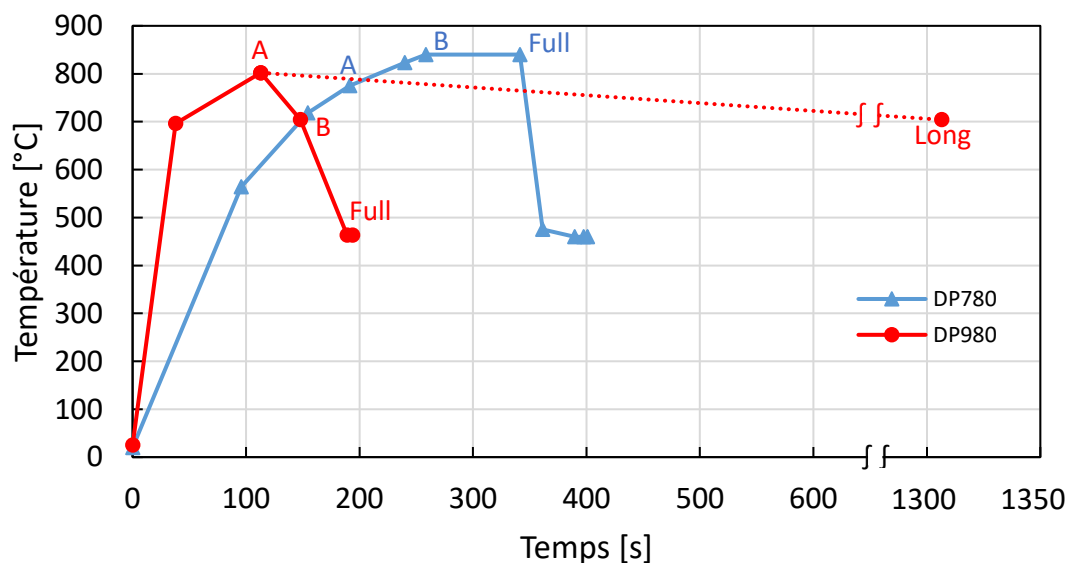


Figure 3-3 : Cycles thermiques effectués durant la phase 1

Tous les traitements thermiques ont été réalisés avec un point de rosée de -30°C , valeur de référence fournie par les partenaires et représentative d'une ligne de galvanisation. Le cycle *Full* a de plus été réalisé avec un point de rosée de 0°C . En effet le point de rosée a un effet sur l'oxydation superficielle de l'acier et une des approches utilisées pour minimiser l'oxydation de la surface est d'augmenter le point de rosée, car cela favorise l'oxydation interne à la place d'une oxydation externe (Cho, L. et al., 2014; Sohn, Kim, & Sridhar, 2015). À un point de rosée de 0°C , il est donc

attendu que l'oxydation devient sous-surfacique et conséquemment que l'émissivité ait une plus faible variation par rapport à la valeur avant cycle thermique.

3.3.3 Cycles thermiques altérés

Pour simuler une erreur de lecture de la température par le pyromètre, il était initialement prévu de ne démarrer qu'après avoir obtenu les valeurs d'émissivité mesurées grâce aux cycles thermiques précédents afin de prédire les écarts de température attendus. Cependant, l'avancement du projet a mené à choisir et réaliser les cycles thermiques avant d'obtenir les résultats d'émissivité. Des altérations du revenu intercritique de $\pm 25^{\circ}\text{C}$ et $\pm 50^{\circ}\text{C}$ pour l'acier DP980 et seulement $\pm 50^{\circ}\text{C}$ pour le HSLA (Figure 3-4) ont été choisies en accord avec les écarts enregistrés par Thiessen sur des aciers TRIP (Thiessen et al., 2010). À la fin du traitement thermique, l'acier est refroidi à une vitesse comprise entre 20 et $40^{\circ}\text{C.s}^{-1}$ jusqu'à une température de 100°C grâce à des jets d'azote gazeux à basse température.

L'altération de la température du revenu intercritique sur les deux aciers n'a modifié qu'à la marge la vitesse de chauffage et de refroidissement. La vitesse de chauffage a été calculée entre la température ambiante et la température maximale et la vitesse de refroidissement à partir du moment où la température diminue et le moment où l'acier rentre dans le bain de galvanisation. Il en résulte que les effets observés sont donc dus uniquement à la modification de la température du revenu intercritique.

Tout comme pour les cycles nominaux, le point de rosée dans le four a été maintenu à -30°C durant les cycles altérés.

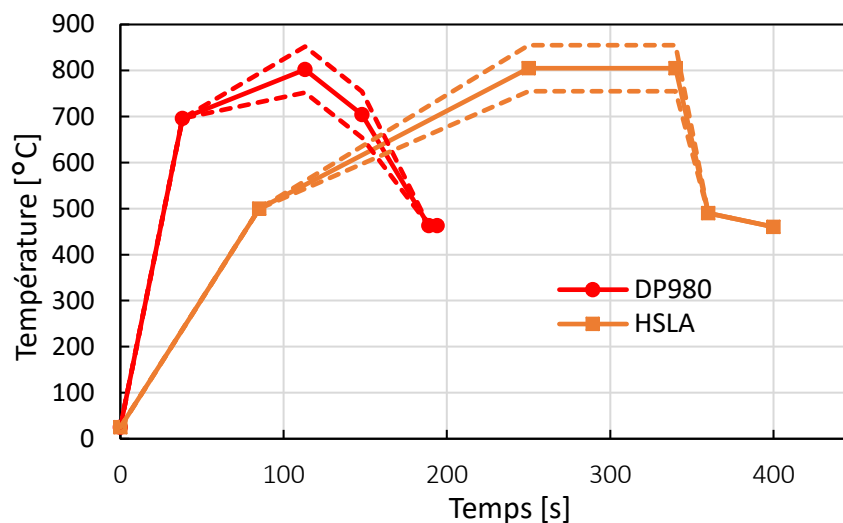


Figure 3-4 : Cycles thermiques effectués durant la phase 2; les traits pleins correspondent aux cycles nominaux et les traits pointillés aux cycles altérés de $\pm 50^{\circ}\text{C}$

Tableau 3-5 : Variation maximale de la vitesse de chauffage et de refroidissement pour les traitements thermiques altérés sur aciers DP980 et HSLA

	DP980	HSLA
Température altérée $+50^{\circ}\text{C}$	852°C	850°C
Température altérée -50°C	752°C	750°C
Modification maximale de la vitesse de chauffage globale	$\pm 1^{\circ}\text{C/s}$	
Modification maximale de la vitesse de refroidissement	$\pm 2,5^{\circ}\text{C/s}$	

3.4 Phasage

La réalisation du projet a été découpée en 1 phase préliminaire suivie de 3 phases. Chaque phase participe à un aspect particulier de l'étude d'ensemble.

3.4.1 Phase préliminaire

Cette phase vise à caractériser les aciers tels qu'ils ont été reçus des industriels pour s'assurer de leur conformité à leur norme de définition et pour déterminer les conditions initiales avant la réalisation des autres phases.

3.4.2 Phase 1

Cette phase a été conçue et organisée pour caractériser l'évolution de l'émissivité au cours du cycle thermique et celle de l'état de surface correspondant. Elle concerne les aciers DP780 et DP980. Les aciers sont sujets aux cycles thermiques interrompus décrits et expliqués dans la section précédente. Le Tableau 3-6 résume les différents cycles thermiques effectués sur les deux aciers. Les indications -30°C et 0°C correspondent aux points de rosée, respectivement

$$P_{O_2} = 2,18 \cdot 10^{-18} Pa \text{ et } P_{O_2} = 5,62 \cdot 10^{-16} Pa.$$

Tableau 3-6 : Récapitulatif des traitements thermiques effectués au cours de la phase 1

Nom du cycle thermique	A	B	Full -30°C	Full 0°C	Long
DP780	X	X	X	X	-
DP980	X	X	X	X	X

3.4.3 Phase 2

Cette phase a été conçue pour étudier l'évolution des propriétés mécaniques des aciers DP980 et HSLA lorsque le cycle thermique est altéré. Au cours de cette phase, les aciers suivent les cycles thermiques altérés décrits et expliqués dans la section précédente. Les aciers ne sont pas galvanisés, ils subissent un refroidissement rapide atteint la rentrée dans le bain de galvanisation.

Tableau 3-7 : Récapitulatif des cycles thermiques de la phase 2 pour étudier l'évolution des caractéristiques mécaniques

Nom du cycle thermique	-50°C	-25°C	Nominal	+25°C	+50°C
DP980	X	X	X	X	X
HSLA	X		X		X

3.4.4 Phase 3

Cette phase a été conçue pour valider la qualité du revêtement du zinc sur une surface qui a subi un cycle thermique altéré. Les cycles thermiques sont semblables à la phase 2 à la différence que les panneaux sont galvanisés dans un bain de zinc fondu. L'épaisseur de zinc souhaitée est de 50 g/m² soit environ 7 µm d'épaisseur. Pour obtenir cette épaisseur, une immersion de 6 s est nécessaire. Le Tableau 3-8 résume les différents cycles thermiques effectués sur les aciers DP980

et HSLA. Le choix de ne pas effectuer le cycle thermique altéré de +25°C vient de l'hypothèse que la modification de l'état de surface provoquera une surestimation de la température comme Thiessen (Thiessen et al., 2010) l'a observé.

Tableau 3-8 : Récapitulatif des cycles thermiques de la phase 3 pour valider la qualité du revêtement de zinc

Nom du cycle thermique	-50°C	-25°C	Nominal	+50°C
DP980	X	X	X	X
HSLA	X		X	

3.5 Équipements et méthodes expérimentales

3.5.1 Équipement pour le traitement thermique

Le projet se fait en partenariat avec McMaster University, situé en Ontario, pour l'utilisation de leur équipement, *McMaster Galvanizing Simulator* [MGS], permettant de reproduire le traitement thermique et la galvanisation tels qu'ils sont réalisés sur une ligne de galvanisation. Le MGS se présente comme une enceinte verticale sous atmosphère contrôlée composée de plusieurs sections comme montré à la Figure 3-5. Depuis le haut en descendant, on trouve successivement :

- le sas d'insertion et de refroidissement;
- la zone de chauffage fonctionnant avec des lampes au quartz;
- une zone tampon devant une fenêtre permettant une mesure pyrométrique;
- la zone d'essuyage par jet de gaz;
- le pot de zinc liquide.

Les deux dernières zones sont isolées du reste par une trappe fermée hermétiquement lorsque le bain de zinc n'est pas utilisé.

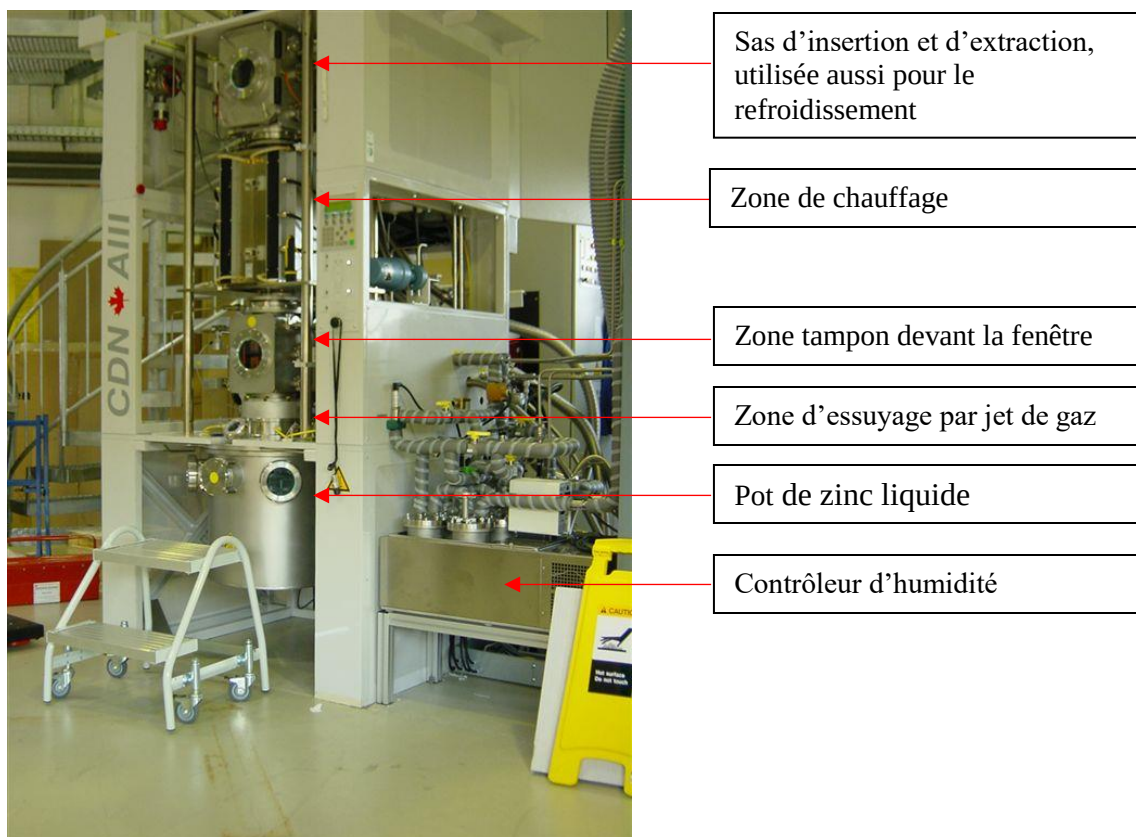


Figure 3-5 : Simulateur de la ligne de galvanisation à McMaster University [MGS]

En raison des dimensions intérieures du simulateur, les aciers sont découpés en coupons selon les dimensions maximums admissibles de 120 mm x 200 mm (Figure 3-6). Le simulateur accepte un coupon à la fois. Le déplacement automatique du coupon dans l'enceinte est assuré par une canne motorisée à mouvement rapide. La durée de déplacement entre les parties extrêmes est inférieure à 1 seconde.

L'atmosphère est composée d'un mélange N_2 95% / H_2 5%. Elle est renouvelée de façon continue par un flux circulant de bas (sous la zone tampon) en haut avec des débits nominaux constants de 20 L/min de N_2 et 1,1 L/min de H_2 . À l'introduction, les gaz sont froids en raison de la détente à la sortie de la bouteille.

Le point de rosée est mesuré dans le four. Sa régulation se fait grâce à l'humidification du flux d'hydrogène par un contrôleur avant l'introduction du gaz dans l'enceinte.

Le traitement thermique du coupon est réalisé par un four à 6 lampes de quartz. La température du coupon est contrôlée par un thermocouple soudé sur l'une des faces du coupon dans le quart supérieur.

Au cours du projet, il est apparu que la température du coupon n'était homogène que sur une zone restreinte. En effet, la température du gaz affecte significativement l'homogénéité de la température du coupon. Le thermocouple est soudé dans la zone de température homogène.

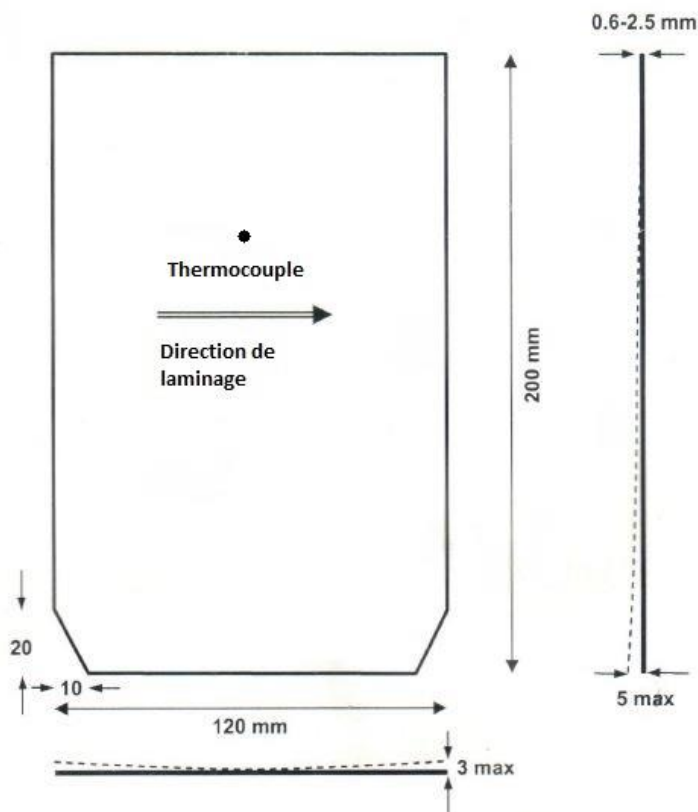


Figure 3-6 : Schéma du coupon accepté par le simulateur de galvanisation

Le simulateur ne permet pas de mesurer en continu la température par pyrométrie, car la fenêtre de visée est située sous la zone de chauffage. Cette mesure est donc non pratiquée, car elle nécessiterait un déplacement du coupon avec une interruption du cycle thermique.

L'équipement est géré par ordinateur. Les paramètres de pilotage du cycle thermique sont les vitesses de chauffages et de refroidissements, la température cible et le temps de maintien. L'ordinateur pilote aussi le transfert de l'échantillon dans le four.

Afin de s'assurer que le four est bien à l'atmosphère désirée, en termes de composition et de point de rosée, le four est purgé pendant 7 minutes avec le mélange gazeux avant de commencer le traitement thermique.

3.5.2 Paramètres caractérisés et équipements utilisés

Le Tableau 3-9 présente phase par phase les paramètres caractérisés des matériaux et les équipements et techniques utilisés.

Chaque traitement thermique du projet a été répété sur trois coupons pour qu'il y ait suffisamment de matériaux pour réaliser tous les tests de caractérisation voulus. La seule exception dans le nombre de répétitions des coupons concerne le test *Long* de 20 minutes effectué sur un acier DP980 qui n'a été réalisé qu'une seule fois puisqu'il ne faisait pas partie du plan expérimental initial.

Tableau 3-9 : Synthèse des paramètres mesurés et les techniques employées pour chaque phase

Paramètre	Équipement	Phase pré-liminaire	Phase 1	Phase 2	Phase 3
Microstructure	Microscope optique	X	X	X	X
	Microscope électronique à balayage [MEB]				
Rugosité	Palpeur	X	X		
	Interférométrie à lumière blanche [WLI]				
	Microscope à force atomique [AFM]				
Profil chimique	Spectrométrie photoélectronique X [XPS]	X	X		
	Spectroscopie d'émission optique par décharge luminescente [GDOES]				
Aspect de surface	Œil nu	X	X		
	Microscope électronique à balayage [MEB]				
Émissivité	Réflectomètre	X	X		
	Spectrophotomètre				
Dureté	Duromètre			X	X
Propriétés mécaniques	Traction uniaxiale	X		X	X
Formabilité et adhésion du zinc	Pliage sur mandrin	X		X	X

3.5.3 Description des méthodes de caractérisation et des particularités

Dans cette section, sont détaillées une description du montage et des étapes de préparation des échantillons avec les spécificités expérimentales associées.

3.5.3.1 Microstructure

La microstructure observée provient de la zone uniforme en température à proximité du thermocouple. Les observations de la microstructure sont réalisées sur des coupes transversales au sens de laminage. Les échantillons sont montés dans de l'époxy conductrice et poli jusqu'à $0,05\ \mu\text{m}$. Pour limiter la corrosion, l'étape de polissage à $1\ \mu\text{m}$ est faite avec un lubrifiant à base d'huile.

Pour les aciers laminés à froid, la microstructure brute de laminage est ferritique – perlitique déformée, la solution d'attaque choisie est le Nital 2%. Les aciers galvanisés dont la microstructure est ferritique – martensitique, sont attaqués avec une solution d'attaque LePera (LePera, 1979), composée pour moitié d'une solution aqueuse de métabisulfite de sodium à 1% et pour moitié de picral à 4%.

En microscopie optique, les observations sont faites en lumière directe ou inversée indifféremment. En microscope électronique à balayage, on utilise un canon à émission de champ. L'observation est faite sur un seul échantillon pour chaque traitement thermique. La tension d'accélération pour observer la surface doit être faible afin de minimiser le volume d'interaction. Dans le cas présent, la tension est de 3 kV. Lors de l'observation des coupes transversales, la tension d'accélération a été choisie de 15 kV.

La mesure de la fraction surfacique de ferrite dans la microstructure est faite par traitement d'images qui sont issues du MEB avec les logiciels Photoshop et ImageJ. La détermination de la taille des grains de ferrite se fait selon la norme ASTM E112 (ASTM, 2013) avec la méthode par intercepts. Ces paramètres sont déterminés sur 3 ou 4 images à un grossissement de 2500. Cela revient à faire l'analyse d'une surface équivalente à environ $5270\ \mu\text{m}^2$.

3.5.3.2 Rugosité

La caractérisation de la rugosité a été faite à l'aide de différents instruments en raison de la limite de résolution par rapport à ce que l'on souhaite observer. La littérature suggère des tailles d'oxydes

aux alentours de 100 nm (Cvijović et al., 2006) et les images au MEB montrent une couverture partielle sous forme de réseau. Le profilomètre par contact ne permet pas de capter des variations inférieures à 4 μm à cause du rayon de courbure du stylet, 5 μm . La résolution avec le WLI est limitée à 200 nm. Finalement, l'AFM propose une résolution suffisante pour capter la présence des oxydes superficiels.

Plusieurs indicateurs ont été utilisés pour caractériser la rugosité (ISO 4287) (ISO, 1997) :

- Ra : la moyenne arithmétique,
- Rq : l'écart quadratique moyen,
- Rz : le dénivelé maximum moyen du profil,
- Rku : l'aplatissement,
- Rsk : le coefficient de dissymétrie,
- Rsm : la distance moyenne intersommets.

Ra et Rz sont des paramètres standards, mais dont on ne sait pas s'ils seront sensibles à la modification de l'état de surface au cours du cycle thermique. Rq est un paramètre utilisé en radiation thermique pour définir différents régimes optiques. Rku, Rsk et Rsm ont été suggérés par les industriels pour leurs sensibilités accrues à une modification de surface. On a exploré tous ces paramètres dans le but d'identifier le plus efficace pour représenter les changements d'émissivité.

3.5.3.3 Profil chimique

Le profil chimique permet d'étudier l'épaisseur de la couche d'oxyde superficielle et la nature des espèces chimiques.

Pour réaliser le profil chimique de la surface des aciers, deux techniques ont été utilisées.

La première technique employée est la spectrométrie photoélectronique X, XPS [*X-ray Photoelectron Spectroscopy*]. Elle consiste à bombarder une surface avec un rayon X monochromatique (la raie $K\alpha$ de l'aluminium à 15 kV; 20 mA) et récupérer les électrons expulsés du matériau en mesurant leur énergie cinétique. L'équipement intègre les résultats d'une surface rectangulaire de 2 x 3 mm. Cette technique peut être utilisée suivant deux modes de mesure :

- soit un mode survol qui permet d'obtenir la concentration atomique relative. La résolution énergétique est alors de 1,0 eV avec un seuil de détection à 100 eV.

- soit un mode précis qui permet d'obtenir la concentration relative des composés chimiques. La résolution énergétique est alors de 0,05 eV avec un seuil de détection à 20 eV.

Le profil s'obtient en érodant la surface avec des ions d'argon (accélérer à 3 kV) entre chaque série de mesures. Le XPS n'est pas une méthode exploratoire pour l'analyse chimique, il faut décider des éléments d'intérêt pour cibler les niveaux d'énergie mesurés. Les éléments mesurés sont le manganèse, le silicium, le chrome, l'oxygène et le fer. Les mesures ont été réalisées par le laboratoire pour l'analyse de la surface des matériaux à Polytechnique Montréal.

La deuxième technique est la spectroscopie d'émission optique par décharge lumineuse, GDOES [*Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy*]. La surface est érodée sur quelques couches atomiques avec des ions d'argon qui forment un plasma. Les atomes pulvérisés passent dans le plasma et deviennent excités. Lors de leur désexcitation, les atomes émettent des photons dont les caractéristiques sont mesurées. Cette technique permet d'obtenir seulement la nature atomique et la concentration. Les mesures ont été réalisées à McMaster University.

Le XPS a été délaissé au profit du GDOES en raison de la vitesse d'analyse et du coût d'utilisation. La précision de la mesure est peu affectée par ce changement de technique (Suzuki, S. & Kakita, 2005).

3.5.3.4 Aspect de surface

Cette dénomination correspond à une description de l'aspect visuel utilisant des techniques d'observation de plus en plus précises pour diminuer l'échelle d'observation. Cela débute à l'œil nu notamment pour noter les évolutions de couleurs ou de brillance liées à l'oxydation et pour décrire le défaut de la couverture du zinc. Puis on passe au MEB pour visualiser les défauts liés au laminage, la dispersion et la morphologie des oxydes. Au microscope électronique, pour observer une surface oxydée, la tension d'accélération doit être réduite à 3 kV afin que le volume d'interaction soit réduit et que les oxydes soient visibles avec un contraste suffisant et ne soient pas masqués. Dans cette condition, l'utilisation du capteur d'électrons rétrodiffusés exige une distance de travail faible, 6 mm, cette distance engendre un risque d'aimantation de l'échantillon, qui doit donc être bien fixé au support.

3.5.3.5 Émissivité

L'émissivité spectrale est mesurée à l'aide de deux équipements : un spectrophotomètre et un réflectomètre couplé à spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). Les 2 appareils utilisés fonctionnent suivant le même principe dans des plages de longueur d'onde différentes. Le spectrophotomètre, Lambda 1050 de PerkinElmer, permet de déterminer l'émissivité spectrale à partir de la mesure de la réflectance de l'acier pour une longueur d'onde comprise entre 0,6 μm et 2,5 μm . Le réflectomètre, SOC-100, quant à lui fonctionne sur une plage de longueur d'onde entre 2,5 μm et 25 μm . Le lien entre réflectance et émissivité se fait grâce à la relation liant la réflectance (ρ), la transmittance (τ) et l'absorbance (α)

$$\rho + \tau + \alpha = 1 \quad (6)$$

Or dans le cas de l'acier, opaque, la transmittance $\tau = 0$ est nulle; l'absorbance donc est égale à l'émissivité. On peut écrire l'équation précédente par

$$\varepsilon = 1 - \rho \quad (7)$$

Et ainsi trouver l'émissivité à partir de la réflectance.

L'émissivité spectrale directionnelle est mesurée à température ambiante. L'angle du capteur est de 7° et 8° par rapport à la normale de l'échantillon respectivement pour le réflectomètre et le spectrophotomètre.

3.5.3.6 Dureté

Les tests de dureté ont été menés selon la méthode proposée dans la norme ASTM E18 (ASTM, 2017d). L'échelle de dureté, Rockwell A, a été choisie de telle sorte qu'elle puisse couvrir tous les cas rencontrés, de l'acier le plus mou, supposément le HSLA traité avec le cycle thermique -50°C, et l'acier le plus dur, supposément le DP980 traité avec le cycle thermique +50°C. L'épaisseur des coupons est supérieure au minimum requis par la norme.

Les mesures de dureté ont lieu avec une finalité et en deux temps. La finalité est de retrouver le cycle thermique en tout point d'un coupon travers la mesure de dureté. Cela se déroule en deux temps : d'abord cartographier la dureté d'une face d'un coupon selon le motif indiqué à la Figure 3-7. Chaque point correspond à une mesure. Ensuite, obtenir une équivalence entre le cycle suivi

et la dureté résultante. Pour atteindre le deuxième objectif, la dureté a été mesurée en quatre points dans un rayon de 1 cm autour du thermocouple pour le cycle nominal et les cycles altérés de la phase 2. La proximité avec le thermocouple permet de s'assurer de la température de l'acier au cours du cycle thermique.

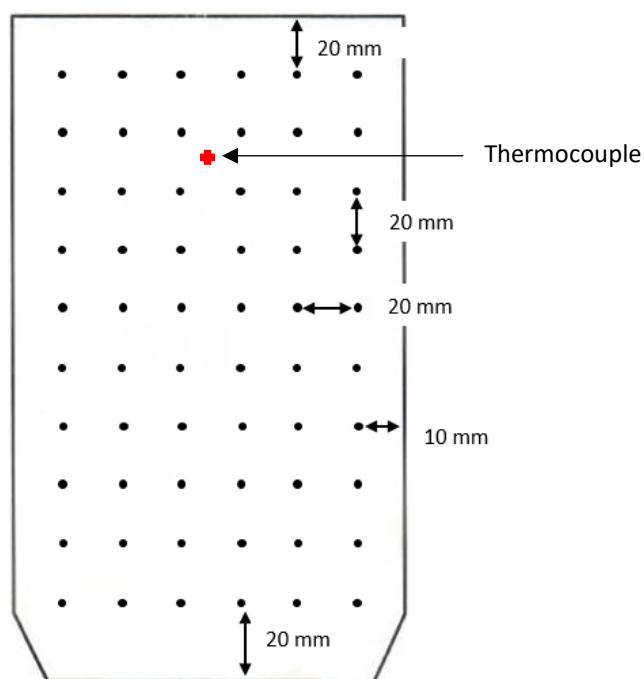


Figure 3-7 : Localisation des mesures de duretés sur le coupon

3.5.3.7 Test de traction

Les tests de traction ont été réalisés selon la méthode proposée dans les normes ASTM E8/A370 (ASTM, 2016, 2017a) sur une machine électromécanique Insight équipée d'une cellule de charge de 50 kN. Les éprouvettes utilisées sont de petite taille (*subsize*) et ont été usinées dans le sens de laminage. Les éprouvettes sont prélevées dans la section du coupon se situant sous le thermocouple cependant la position exacte des éprouvettes n'a pas été consignée. Leur position approximative est localisée tel que montré sur la Figure 3-8. Les échantillons sont maintenus par des mors en pince dont le serrage est mécanique. La vitesse de la traverse est de 0,48 mm/min. La déformation est suivie par extensomètre à lames de longueur de base 25 mm ou par un système de corrélation d'images numériques (*Digital Image Correlation*, DIC), en plus ou en substitution de l'extensomètre (Figure 3-9). Le logiciel utilisé est VIC3D version 8.

Lors de l'utilisation du DIC, les éprouvettes sont recouvertes d'une fine couche de peinture blanche sur laquelle un motif en damier est déposé avec un rouleau. Le suivi de la déformation est filmé par deux caméras haute définition. La fréquence d'acquisition des images a été définie à une image toutes les 1,5 s. Lors du dépouillement de l'essai, la déformation de l'éprouvette est mesurée à l'aide de trois extensomètres virtuels de longueur initiale approximative $25,4 \pm 0,4$ mm. Les extensomètres sont placés : un près de chaque bord et un centré. Les résultats sont comparés afin de vérifier leur cohérence et la moyenne est utilisée pour construire les courbes contraintes – déformation. Les extrémités se trouvent de part et d'autre de la zone de rupture au-delà de la zone de striction.

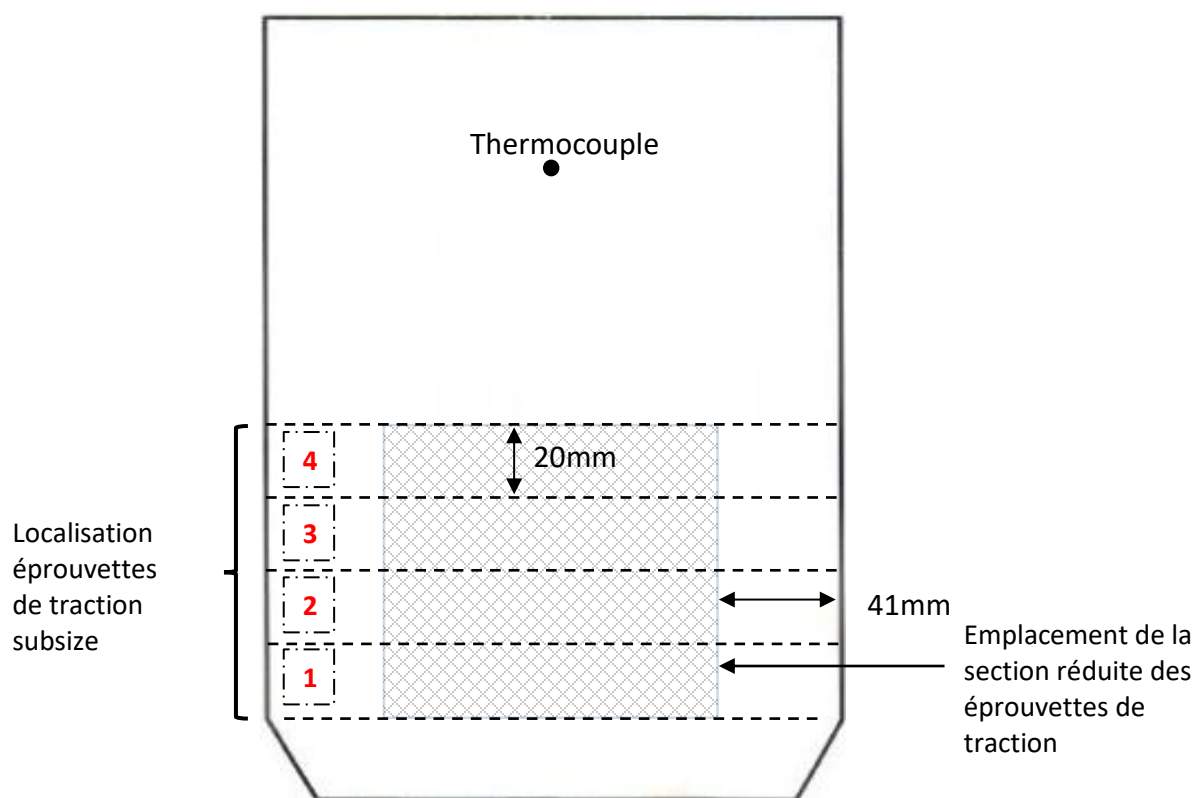


Figure 3-8 : Localisation approximative des éprouvettes de traction sur le coupon

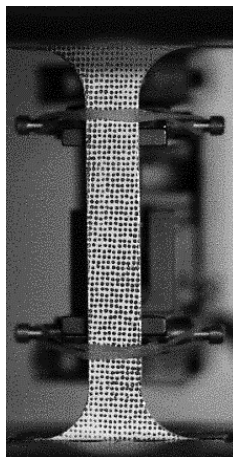


Figure 3-9 : Éprouvette de traction préparée pour le DIC avec un extensomètre installé dans les mors

3.5.3.8 Formabilité et adhésion du zinc

La formabilité de la tôle et l'adhésion du zinc sont évaluées par un test de pliage autour d'un mandrin suivant les normes ISO7438 et ASTM A653. L'angle est de 90° , le rayon de courbure du mandrin est égal à trois fois l'épaisseur de la tôle et le pliage est effectué parallèlement à la direction de laminage. Le test est réalisé grâce à une plieuse qui permet de pincer l'éprouvette lors du test et d'avoir un bras de levier pour exercer un mouvement continu. L'évaluation du test est faite par observation à l'œil nu en recherchant l'écaillage du zinc et l'apparition de fissure. C'est un test qualitatif. Le test de pliage n'est pas requis par la norme ASTM A1079 pour l'acier DP980. Le test est néanmoins effectué pour suivre l'évolution du comportement avec les cycles thermiques altérés.

Tableau 3-10 : Rayon de courbure du mandrin en fonction de l'épaisseur de l'acier

Acier	Épaisseur tôle [mm]	Rayon de courbure du mandrin [mm]
HSLA	1,8	5,4
DP980-1	1,2	3,6
DP980-2	1,5	4,5

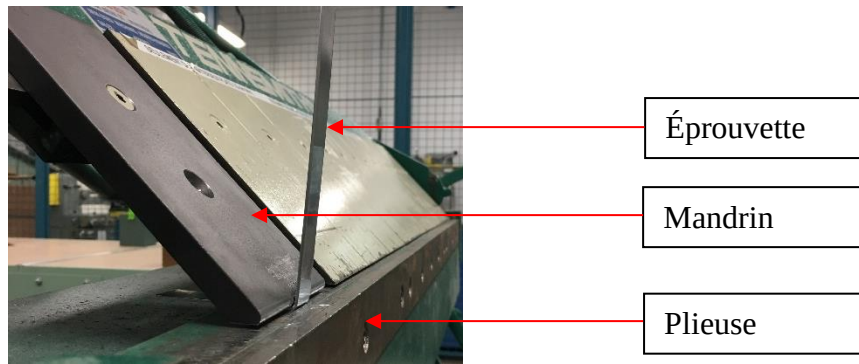


Figure 3-10 : Montage de la plieuse avec le mandrin après un test sur un acier DP980

3.6 Contribution personnelle

La réalisation de ce projet est un travail de groupe. Dans cette section, je précise mon apport dans les différentes parties. Ma contribution a principalement porté sur la phase préliminaire et la phase 2 que j'ai réalisées en totalité.

Ma participation au projet d'ensemble inclut également les actions suivantes :

- Organisation générale :
 - choix des cycles thermiques,
 - conditions environnementales,
 - lien avec McMaster University pour la réalisation des cycles thermiques.
- Phase 1 :
 - premières mesures d'émissivité et la mise au point d'une première version d'une méthode de mesure,
 - premières mesures de rugosité avec le rugosimètre par contact,
 - planification et analyse des mesures avec le XPS,
 - validation avec la littérature de la méthode GDOES en substitution du XPS,
 - aide à la réalisation des images de surface au MEB.
- Phase 2 :
 - accompagnement de la stagiaire concernant l'effet de la taille des éprouvettes sur l'élongation à la rupture.

- Phase 3 :
 - transfert de connaissance et support à la réalisation et à l'analyse des tests.

3.7 Stratégie de présentation des résultats

Les principaux résultats de la phase deux ont été présentés dans un article de conférence avec comité de relecture. L'objectif de recherche de l'article est d'évaluer l'altération de température admissible afin que les propriétés mécaniques des aciers DP980 et HSLA restent au-dessus des minimums requis par leur norme ASTM respective. Les propriétés mécaniques sont mises en parallèle de la microstructure pour expliquer les variations selon l'altération du cycle thermique. Pour faire le lien avec la mesure de la température et l'émissivité, à partir de l'écart maximal de température, une comparaison est réalisée entre l'incertitude maximale admissible et les valeurs d'émissivité mesurées au cours de la phase 1. Cet article a été rédigé avant la mise en évidence de la non-uniformité de la température du coupon dans le simulateur.

À la suite de l'article, les résultats complémentaires traitent de l'exploration de la méthode de mesure de l'émissivité et notamment l'angle du capteur; les résultats de l'analyse chimique par le XPS sur les échantillons de la phase 1; la rupture des éprouvettes de traction, la mise en évidence de l'hétérogénéité de la température du coupon au cours du cycle thermique et enfin les limites identifiées de la méthodologie et des expérimentations.

CHAPITRE 4 ARTICLE 1: EFFECT OF TEMPERATURE DEVIATION DURING INTERCRITICAL ANNEALING OF HSLA AND DP980 STEELS

Article publié dans Proceedings of the 11th International Conference on Zinc and Zinc Alloy Coated Steel Sheet, 12-16 Novembre 2017, The University of Tokyo, Tokyo, Japon, pp. 219-225.

Paul Mosser¹, Quentin Somveille¹, Kyle Daun², Myriam Brochu¹

¹ Polytechnique Montreal, Département de Génie Mécanique

² University of Waterloo, Department of Mechanical and Mechatronics Engineering

E-mail: paul-2.mosser@polymtl.ca, telephone: +1 514 603-3067

4.1 Abstract

The microstructure and mechanical properties of galvanized advanced high-strength steels (AHSS) such as DP980 are known to be more sensitive to variations in intercritical annealing temperature compared to high strength low alloy (HSLA) steels. The objective of this research is to define the temperature range that will ensure that DP980 steels have strength and elongation properties conforming to specification. Results confirm that the mechanical properties of DP980 are strongly affected by deviations in intercritical annealing temperature of ± 50 K. The yield strength of DP980 annealed at 50 K below nominal temperature exceeds the minimum ASTM A1089 requirement of 550 MPa only by 5 MPa. The properties of HSLA grade 50 were comparatively much less sensitive to annealing temperature. These results suggest that intercritical annealing temperature excursions must be maintained well below ± 50 K considering the other process uncertainties, which motivates development of improved pyrometry techniques for closed-loop temperature control.

4.2 Introduction

The automotive industry relies on advanced high-strength steels (AHSS) to meet increasingly stringent safety and environmental standards. These new steels replace high strength low alloy (HSLA) steels, which have reached their apex in mechanical performance. A drawback of AHSS steels is that obtaining desired mechanical properties and zinc adhesion demand careful control of process temperature during continuous galvanizing (Chang & Preban, 1985; Ghaheri, Shafyei, & Honarmand, 2014; Liu et al., 2012), especially during intercritical annealing, when the proportion of final constituents is balanced. Consequently, deviation in soaking temperature can have an

important effect on the microstructure and mechanical properties (Pan et al., 2014; Peranio et al., 2010).

Process temperature is controlled with input from pyrometers aimed at the steel strip along the line. Pyrometers infer temperature, T , from spectral radiosity, J_λ , for a given wavelength, λ , using Planck's equation

$$J_\lambda = C\varepsilon_\lambda I_{b,\lambda}(\lambda, T) = C\varepsilon_\lambda \frac{C_1}{\lambda^5 \left[\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T}\right) - 1 \right]} \approx C\varepsilon_\lambda \frac{C_1}{\lambda^5 \exp\left(\frac{C_2}{\lambda T}\right)} \quad (1)$$

where ε_λ is emissivity, C is a calibration constant, $I_{b,\lambda}$ the blackbody intensity, $C_1 = 1,191 \times 10^8 \text{ W} \cdot \mu\text{m}^4 / (\text{m}^2 \text{sr})$, and $C_2 = 1,439 \mu\text{m} \cdot \text{K}$. In single-wavelength pyrometers, Eq. (1) is rearranged to solve for T , while in two-color pyrometry the temperature is inferred from the ratio of spectral radiances measured at two detection wavelengths.

Pyrometrically-inferred temperatures depend on the spectral emissivity, ε_λ , in the case of single-wavelength pyrometry, and the ratio of spectral emissivities at the detection wavelengths, $\varepsilon_{\lambda 1} / \varepsilon_{\lambda 2}$, for two-color pyrometry. Unfortunately, the spectral emissivity of steel sheets is often uncertain, and, moreover, changes as the surface state evolves with heating, due to oxidation. This uncertainty leads to significant errors in temperatures obtained through pyrometry, which, in turn, causes excursions in process temperature (Peranio et al., 2010; Thiessen et al., 2010).

In this paper, we investigate how temperature variation during intercritical annealing impacts the microstructure and mechanical properties of DP980 steels, compared to those of more traditional HSLA steels, which are less temperature-sensitive. Coupons cut from cold-rolled steel strips are processed within a continuous galvanizing simulator, and then characterized through metallography and mechanical testing. Results are used to propose a range of annealing temperatures that will ensure that the steel sheet has mechanical properties within DP980 specifications. Finally, to guide the development of temperature measurement technologies, we illustrate how deviations in spectral emissivity result in temperature excursions that compromise the mechanical properties of DP980 steel.

4.3 Experimental protocol

Two steel grades are studied: DP980 and HSLA grade 50. DP980 is a *dual phase* advanced high-strength steel characterized by yield and ultimate tensile strengths that equal or exceed 550 MPa and 980 MPa respectively (ASTM, 2017c), and its elongation at fracture must equal or exceed 8%. The nominal elemental composition of DP980 is given in Table 4-1, and the material microstructure, after heat treatment, consists of martensite islands in a ferritic matrix.

The HSLA steel studied has mechanical properties corresponding to grade 50 (ASTM, 2017b). Its minimum yield and tensile strengths are 340 MPa and 410 MPa, respectively. Its elongation at failure equals or exceeds 20%. The elemental composition of the HSLA studied here is proprietary and does not conform to ASTM A653. The equivalent carbon, $y_{C,eq}$, calculated using Yurioka's equation (Yurioka, 2013)

$$y_{C,eq} = y_C + \frac{y_{Mn}}{6} + \frac{y_{Mo}}{4} + \frac{y_{Cr}}{4} + \frac{y_{Ni}}{12} + \frac{y_{Si}}{24} + \frac{y_{Cu}}{15} \quad (2)$$

is given for each steel in Table 4-2.

Table 4-1 : Chemical composition in maximum mass % as per ASTM 1079

% mass								
max	y_C	$y_{Mn}+y_{Al}+y_{Si}$	y_P	y_S	y_{Cu}	y_{Ni}	$y_{Cr}+y_{Mo}$	$y_V+y_{Nb}+y_{Ti}$
DP980CR	0,23	6,00	0,080	0,015	0,20	0,50	1,40	0,35

Table 4-2 : Carbon equivalent per Yurioka equation

Steel	$y_{C,eqt}$ [%]
HSLA CR	0,47
DP980 CR	0,71

DP980 and HSLA steels were received in the form of 1,2 mm and 1,8 mm thick cold rolled strips, respectively, which were cut into rectangular coupons 200 mm long (in the rolling direction) and 120 mm wide. The coupons were cleaned with isopropanol and acetone. The HSLA coupons were also pickled with a solution of 210g/L HCl and 1,78g/L hexamethylene tetramine in deionized water for one minute as recommended by the steel supplier.

The samples were processed within a continuous galvanizing simulator at McMaster University (Bellhouse, Mertens, & McDermid, 2007) according to the heating cycles shown in Figure 4-1.

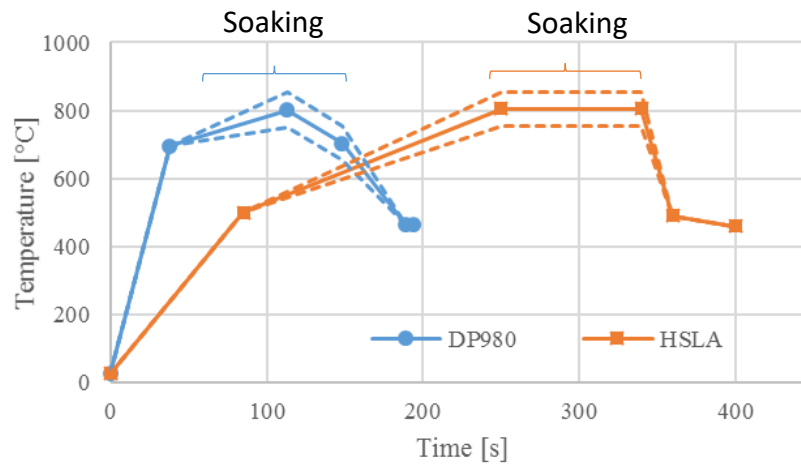


Figure 4-1: Heat treatment cycles. The solid line denotes the nominal cycle

The heat cycles begin with rapid heating to the intercritical annealing temperatures, followed by a soaking period at constant temperature for HSLA50 but ramping up and down for DP980. The coupons are then cooled at a controlled rate representative of the process just before the zinc bath, and finally quenched in nitrogen gas instead of zinc bath dipping. DP980 was heat treated according to five different annealing schedules: a nominal soaking phase representative of an industrial process, as well as deviations of ± 25 K and ± 50 K. HSLA grade 50 was heat treated at three different schedules: a nominal soaking temperature, and deviations of ± 50 K. All heat treatments were performed in an atmosphere of 95% N_2 and 5% H_2 with trace amounts of water vapor corresponding to a dew point of 243 K (-30°C). Each heating schedule was repeated three times. The temperature was monitored and controlled by a thermocouple welded to the middle of the coupon's face.

Subsize tensile test specimens having a reduced section of 34 mm and gauge length of 25 mm were cut from the heat treated coupons. Tensile tests were performed according to ASTM E8/A370 (ASTM, 2016, 2017a) and the elongation was measured with an extensometer combined with

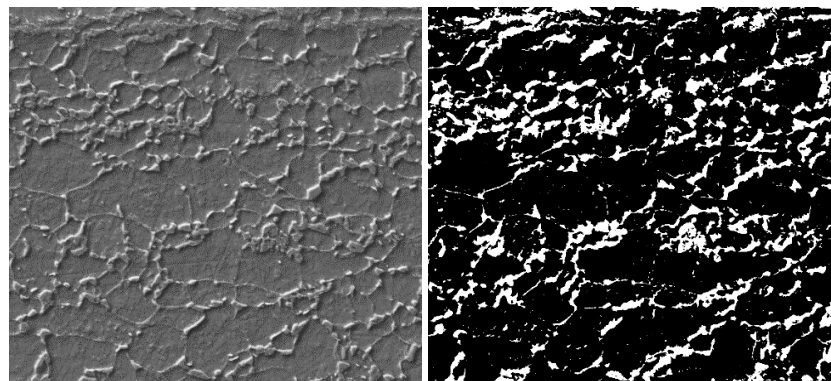


Figure 4-2: a) Unprocessed and b) processed images of DP980 after nominal heat treatment

digital image correlation (DIC) for some tests. DIC infers time-resolved local displacement readings over the entirety of the specimen's reduced section area until failure, resulting in more robust measurements compared to those obtained from the extensometer, which are invalid when failure occurs outside the extensometer range.

The coupons' microstructures were analysed using optical and electron microscopy of etched cross sections (LePera etchant for DP980 and Nital 2% for HSLA). The phase fraction was quantified by image analysis. Before image analysis, the image brightness and contrast were adjusted to better distinguish ferrite from martensite, in the case of DP980, or ferrite from carbides, in the case of HSLA. An enhanced image is shown in Figure 4-2 (b). In addition to phase fraction, the ferritic grain size was measured using the lineal intercept method of ASTM E112-13 (ASTM, 2013).

4.4 Results

4.4.1 Effect of temperature deviation on DP980 mechanical properties and microstructure

Figure 4-3 shows typical stress/strain curves for DP980, and the mechanical properties extracted from these curves are summarized in Figure 4-4. The curves obtained at -25 K and $+25\text{ K}$ are incomplete because specimens failed outside the extensometer gage length. DIC was used for all remaining test conditions. As expected, an increase of the intercritical annealing temperature resulted in higher yield and tensile strengths, accompanied by a slight decrease in the elongation at failure. This phenomenon is explained by the increased prevalence of austenite at higher annealing temperatures.

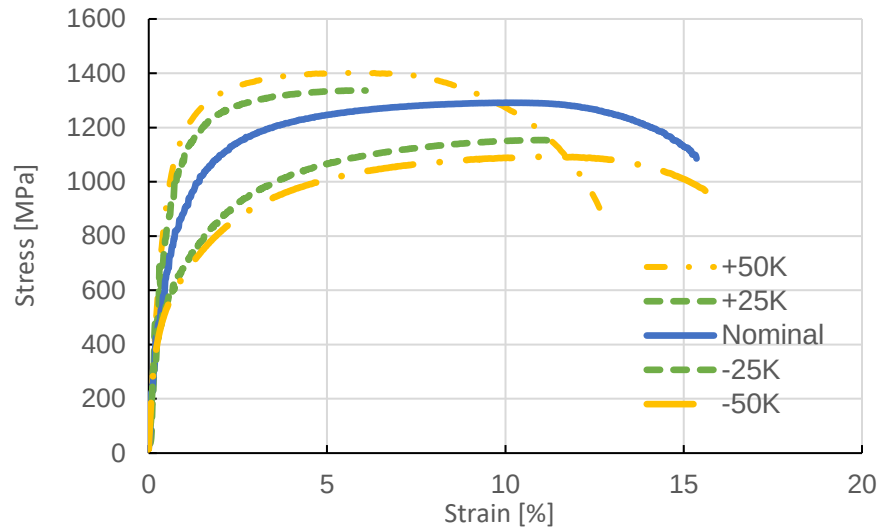


Figure 4-3: Typical stress – strain curves obtained for DP980 steel (Note: -25 K and +25 K tests interrupted after UTS is reached)

During rapid cooling at the end of the heat treatment cycle, austenite transforms into martensite, a strong but brittle constituent. The resulting microstructure is thus characterized by a higher proportion of martensite, as seen in Figure 4-4, and the ferrite fractions reported in Table 4-3. In the specific case of the +50 K heat treatment, the microstructure is 95% martensite which compromises the material ductility. The elongation of the +50 K subsize specimens is approximately 11%, while the required minimum elongation is 8% for a standard size specimen. Previous experimental work relating the elongation of DP980 steels to specimen size did not conclusively identify a trend between subsize and standard specimen (Donfack Djiazet, 2016).

In contrast, the coupons heat treated with temperatures below the nominal annealing schedule are characterized by lower strengths but slightly higher elongations. The decrease in annealing temperature resulted in the formation of less austenite, which led to a final microstructure containing less martensite as shown in Figure 4-5 (a) and (b). At -50 K, the amount of martensite was just sufficient to achieve the required 550 MPa yield strength. One would expect that a larger negative deviation would result in a material yield strength that falls below this threshold. Finally, the ferritic grain size is comparable for all specimens except in the case of +50 K condition where ferrite grain size was not measured.

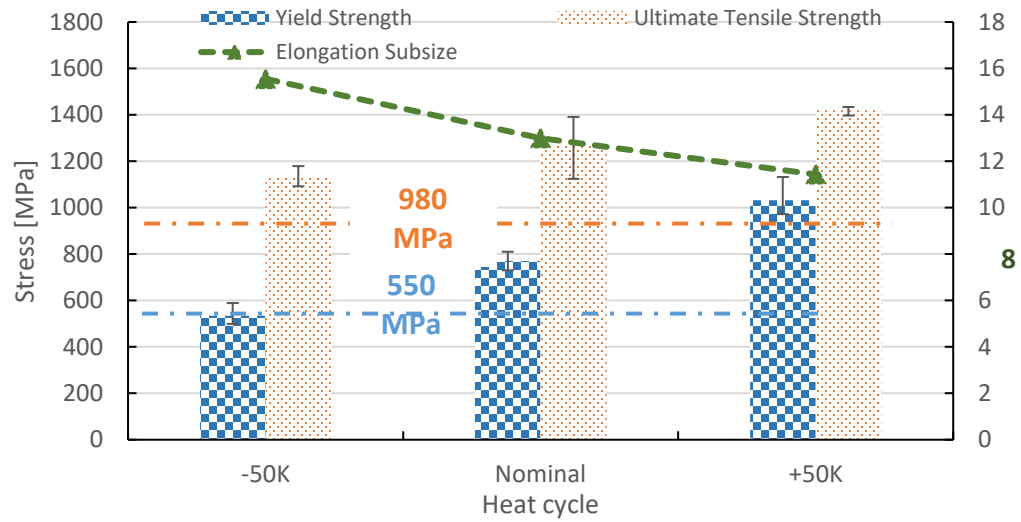


Figure 4-4 : Average of yield and ultimate tensile strength and strain for DP980 at nominal and ± 50 K

Table 4-3 : Ferrite content and grain size for DP980

Heat Cycle		-50 K	-25 K	Nominal	+25 K	+50 K
Ferrite surface ratio [%]		65	59	42	26	<5
Mean intercept length [μm]	Rolling direction	3,0	3,5	2,3	2,2	NA
	Transverse direction	2,1	2,4	1,8	1,7	NA

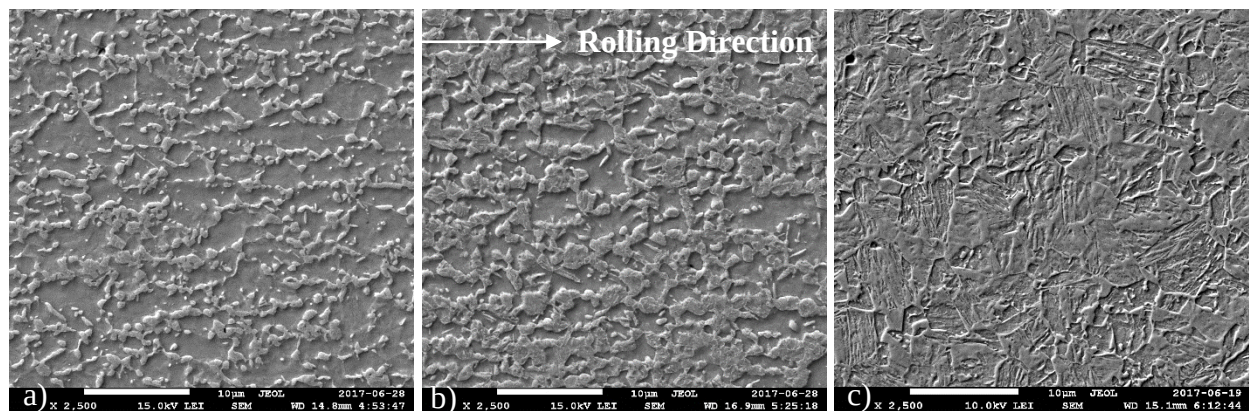


Figure 4-5 : SEM observation of DP980 at a) -50 K condition; b) Nominal condition; c) +50 K condition

4.4.2 Effect of temperature deviation on HSLA grade 50 mechanical properties and microstructure

Figure 4-6 shows representative stress/strain curves for the HSLA samples annealed at three temperatures, and the mechanical properties extracted from the curves are summarized in Figure 4-8. The general trends in the stress/strain curves are similar to those seen for the DP980, but as one would expect, the material behavior is less sensitive to temperature. The material yield and tensile strengths increase with annealing temperature. In the case of HSLA, the austenite formed during intercritical annealing transforms into a mixture of ferrite and carbides and small amounts of martensite upon cooling. The martensite fraction does not have as dramatic an effect on the change in material properties, compared to DP steels. For the HSLA grade and the annealing schedule considered in this study, the yield strength is most affected by temperature-induced changes in microstructure. Metallographic analysis confirms that the HSLA microstructure (Figure 4-7) is far less sensitive to changes in processing temperature compared to DP980. The surface fraction of ferritic grains is nearly constant (Table 4-4). Nevertheless, the ferritic grain size and shape are significantly different as quantified in Table 4-4. Grains became more equiaxed with an increase in annealing temperature, and grains are coarser at the lowest intercritical annealing temperature. The Hall-Petch relationship could be used to explain the relationship between yield strength and microstructure. However, an in-depth microstructural analysis is needed to precisely link the microstructural evolution to the HSLA with its mechanical properties.

The HSLA mechanical properties remain above the strengths and elongation requirements of ASTM A653 for the two heat treatment cycles performed at the highest temperature. On the other hand, of the imposed annealing performed at nominal-50 K, resulted in a material having a yield strength below the 340 MPa lower limit.

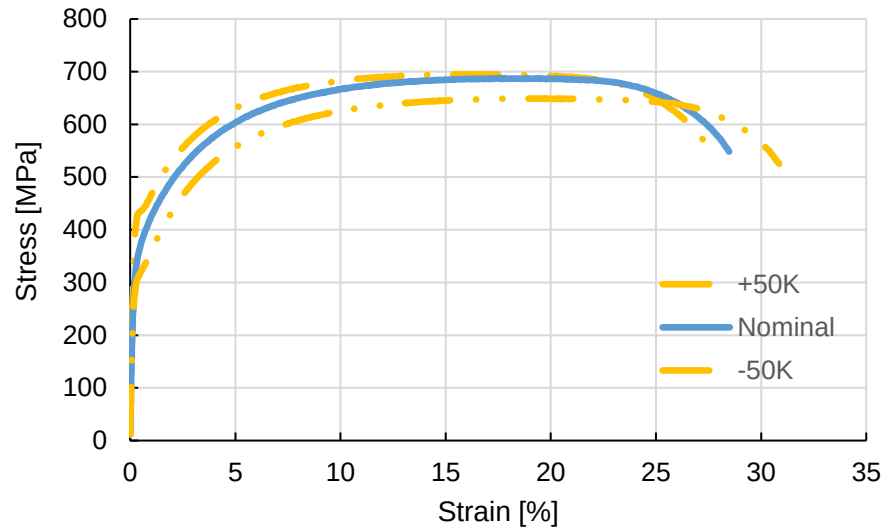


Figure 4-6 : Typical stress – strain curves obtained for HSLA

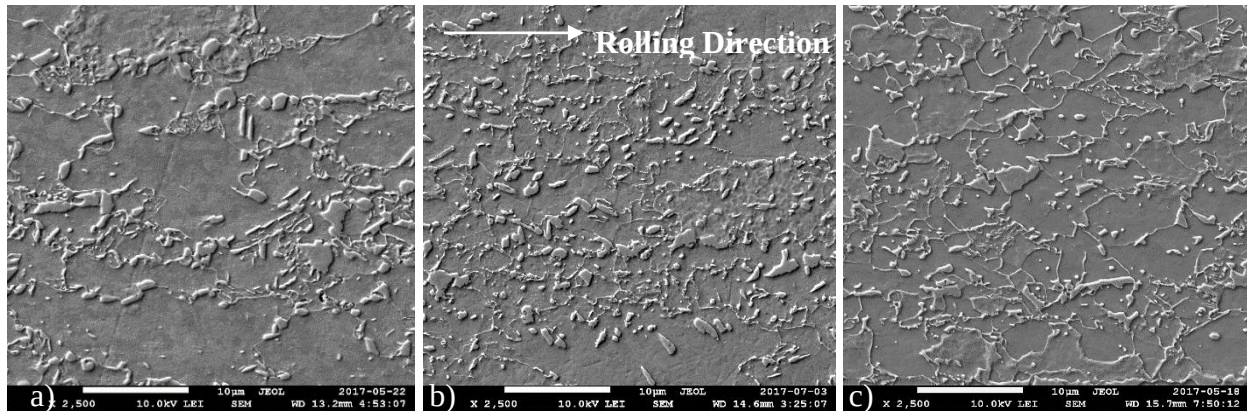


Figure 4-7 : SEM observation of HSLA at a) -50 K condition; b) Nominal condition; c) +50 K condition

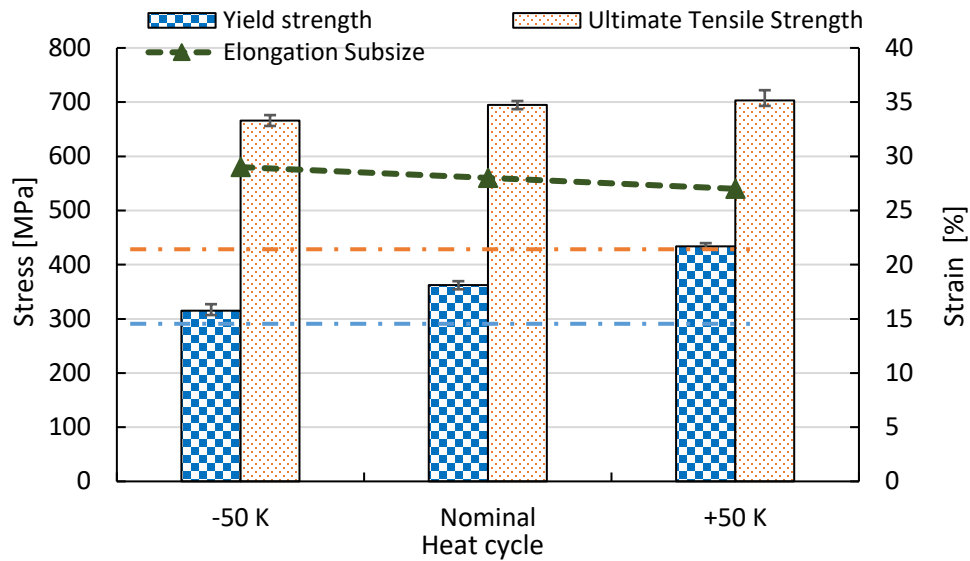


Figure 4-8 : Average of yield and ultimate tensile strength and strain for HSLA at nominal and ± 50 K

Table 4-4 : Ferrite content and grain size for HSLA

Heat Cycle		-50 K	Nominal	+50 K
Ferrite surface ratio [%]		81	77	75
Mean intercept length [μm]	Rolling direction	8,6	6,5	5,1
	Transverse direction	5,6	4,4	4,1

4.5 Discussion

The main objective of this research is to assess how temperature excursions during the intercritical annealing phase of continuous galvanizing may affect the mechanical properties of DP980 and HSLA grade 50 steels. Comparison of Figures 4-4 and 4-8 highlights the fact that the properties of DP980 are more sensitive than HSLA grade 50 to temperature deviations of ± 50 K. Specifically, the DP980 yield strength decreases by 31% when the annealing schedule is 50 K lower than the nominal value, whereas the HSLA yield strength decreases by 13% for the same excursion. High temperature excursions are less critical for both materials since both yield and tensile strength tend to increase with annealing temperature. Nevertheless, the ductility of DP980 dropped by 4% (15% of its initial value) with a +50 K excursion. In the case of HSLA, the elongation significantly

exceeds the 20% lower limit, again demonstrating the robustness of this grade of steel compared to DP980.

Another noticeable difference between DP980 and HSLA is the dispersion of tensile properties. Within three specimens tested at nominal condition, the yield strength varied by 150 MPa for DP980 and 10 MPa for HSLA. The larger variability in DP980 yield strength can partly be explained by material strain hardening and sheet thickness. The higher hardening rate of DP980 will result in larger measurement errors in the offset yield strength. In addition, the DP980 yield stress calculation is more sensitive to the thickness measurement uncertainty compared to HSLA since the former is 33% thinner. Uncertainty in specimen thickness propagates into an uncertainty of 50 MPa in the yield strength. The remaining 100 MPa variation in DP980 yield strength may be due to spatial variation in specimen temperature within the galvanizing simulator. The expected temperature homogeneity is ± 5 K, which, given the sensitivity of DP980 to variations in annealing temperature, may correspond to large variations in yield strength. Further research is needed to confirm this hypothesis.

These results suggest that the DP980 intercritical annealing temperature must be controlled within a tolerance of ± 50 K in order to achieve the required mechanical properties. In addition to other process uncertainties, there is strong evidence that temperature excursions are caused by variation in the spectral emissivity of the steel sheet during its heat treatment. Presuming that the sheet temperature is measured using a single-wavelength pyrometer, the uncertainty in emissivity causing a specific temperature deviation can be calculated by rearranging Eq. (1) and taking the derivative

$$\frac{\Delta \varepsilon_{\lambda}}{\varepsilon_{\lambda}} = \frac{-C_2}{\lambda} \frac{1}{T^2} \Delta T \quad (3)$$

Table 4-5 shows values of $\Delta \varepsilon_{\lambda}$ calculated using Eq. (3) leading to $\Delta T = 50$ K. Results are presented for three different wavelengths, assuming an annealing temperature of 1073 K (800°C), representative of industrial annealing conditions, and the nominal spectral emissivity for as-received DP980 (Somveille, Mosser, Daun, & Brochu, 2017). While these variations may appear large, they are in line with variability in ε_{λ} that may be due to a number of factors including oxide formation during heating, variation in as-received surface roughness, alloy composition (Somveille et al., 2017). Also note that the sensitivity of the pyrometric temperature to uncertainty in ε_{λ}

depends strongly on wavelength, and decreases as λ decreases. This suggests that choosing an appropriate detection wavelength is critical in order to minimize pyrometry errors and their influence on AHSS mechanical properties. This analysis also neglects other sources of uncertainty in the pyrometry measurements, such as reflected irradiation from the surroundings.

Table 4-5 : Variation in spectral emissivity ($\Delta\epsilon_\lambda$) resulting in a 50 K temperature deviation at 1073 K (800°C) and for 3 wavelengths

λ [μm]	0,8	1	1,2
ϵ_λ as received	0,53	0,49	0,45
$\Delta\epsilon_\lambda$	$\pm 0,41$ (78%)	$\pm 0,30$ (62%)	$\pm 0,23$ (52%)

In this study, variations in heating and cooling ramp rates were kept below 1 K/s and 2,5 K/s, respectively, in order to isolate the effect of soaking temperature on material properties. Maintaining a constant heating rate resulted in comparable ferritic grain size for DP980 (Huang et al., 2004; Li et al., 2013; Speich et al., 1981), and comparable cooling rates were necessary to fully transform the austenite into martensite during the cooling phase. Variations in grain size and bainitic transformation caused by uncontrolled heating rates (as opposed to the soaking temperature) may also have a profound effect on mechanical properties. Therefore, in order to fully understand how pyrometry errors may impact galvanized AHSS production, the effect of deviations in heating and cooling rates on mechanical properties must also be investigated.

4.6 Conclusion and future work

There is an emerging understanding that temperature excursions during the intercritical annealing, caused by uncertain variations in spectral emissivity, may be responsible for substandard mechanical properties of galvanized AHSS steels. This hypothesis was evaluated by performing galvanizing simulations on DP980 and HSLA coupons to study the influence of intercritical temperature deviations on the materials microstructure and mechanical properties. The process temperature was varied by ± 50 K from the nominal annealing schedule, which are representative of errors that may arise from uncertainty in spectral emissivity.

A positive deviation of 50 K in intercritical annealing temperature resulted in an increase in the yield strengths of DP980 and HSLA to 1030 MPa (+27%) and 435 MPa (+18%), respectively, while DP980 elongation-at-failure decreased by 2 percentage points (-15%). Despite an elongation

stays above minimum allowable per ASTM requirement, it would be pertinent to verify the evolution of the formability using a bend test. In the case of DP980, this behavior can be explained by a higher proportion of martensite in the final microstructure, while for HSLA grade 50 an in-depth microstructural analysis will be necessary to link the microstructure evolution to mechanical properties.

On the other hand, a negative deviation of 50 K decreases both the yield and tensile strength of DP980 and HSLA, and this effect is far greater in DP980. In particular, the yield strength of DP980 and HSLA become 555 MPa (–31%) and 320 MPa (–13%), respectively. For both materials this is close to or below the lower limits, which are 550 MPa and 340 MPa, respectively. In comparison to the nominal microstructure, a smaller proportion of martensite was observed in DP980 while larger grains were observed in HSLA grade 50. These microstructural differences explain the lower yield and tensile strengths.

These results suggest that the uncertainty in pyrometrically-inferred temperatures must be well below ± 50 K in order to ensure that post-annealing steel strip mechanical properties conform to ASTM specifications. In the case of single-wavelength pyrometry, this level of uncertainty can be achieved providing that the spectral emissivity is known within $\pm 0,23$ (52%) at a wavelength of $1,2\mu\text{m}$ and assuming no other source of uncertainty or operating error.

Future work will assess the impact of heating and cooling rate deviations on the microstructure and mechanical properties of AHSS steel. An in-depth microstructural investigation will also be performed to link the evolution of mechanical properties and microstructure of HSLA with changing intercritical annealing temperature.

4.7 Acknowledgments

The authors would like to acknowledge the sponsorship of this project by the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC) and the Galvanized Autobody Partnership (GAP) program of the International Zinc Association (IZA). The authors also warmly thank Dr. Frank Goodwin from the IZA and Dr. Michel Dubois from CMI for their advice, as well as Professor Joe McDermid and John Thomson of the University of McMaster (Hamilton, ON) for making available the galvanizing simulator.

CHAPITRE 5 RÉSULTATS COMPLÉMENTAIRES

Ce chapitre contient les principaux résultats obtenus qui n'ont pas été présentés dans l'article :

La première section montre les profils chimiques élémentaires à la surface des matériaux neufs et oxydés obtenus par XPS.

La 2^{ème} section présente les résultats de caractérisation mécanique des deux aciers HSLA et DP9802 obtenus pendant la phase préliminaire de l'étude.

La 3^{ème} section démontre que l'utilisation d'éprouvettes de petite taille n'a pas d'influence sur l'allongement à rupture.

La 4^{ème} section analyse les raisons pour lesquelles la rupture des éprouvettes de traction est systématiquement décentrée près d'une des têtes de l'éprouvette.

La 5^{ème} section interprète l'hétérogénéité de la dureté sur les coupons comme une hétérogénéité de température dans le simulateur.

Dans la dernière section, l'évolution des phases au cours du refroidissement et la proportion des phases calculées par le logiciel JMatPro sont comparées avec les résultats présentés dans l'article.

5.1 Résultat de l'analyse chimique par XPS

Les profils chimiques sont réalisés pour quantifier l'épaisseur et la nature de la couche d'oxyde qui se forme lors du traitement thermique sur l'acier DP980. Une comparaison est faite entre l'état brut de laminage et après un traitement thermique *Full* à une pression partielle d'oxygène de $2,18 \cdot 10^{-18} Pa$ ont été obtenus avec XPS. Les deux modes de mesure ont été utilisés :

- Le mode survol avec les Figure 5-1 a et b qui représentent les concentrations atomiques relatives du silicium, du chrome, du manganèse et d'oxygène pour un état brut de laminage et après un traitement thermique *Full* dans le mode survol.
- Le mode haute précision avec la Figure 5-2 qui montre les résultats à certaines profondeurs pour connaître l'état d'oxydation dans lequel sont les principaux éléments sur l'échantillon traité thermiquement.

Dans les Figure 5-1 et Figure 5-2, il est question de concentration relative, car la valeur est normalisée en fonction des éléments qui ont été analysés. Pour les résultats présentés, la somme n'est pas égale à 100%, car le fer qui a aussi été mesuré n'est pas montré. Le profil chimique a montré que le fer était bien dans un état métallique à toutes les profondeurs analysées comme cela était prévu par le diagramme d'Ellingham.

En passant d'un état à l'autre sur la Figure 5-1, la concentration du manganèse et du silicium croît en s'approchant de la surface. Grâce à la Figure 5-2, on note que ces deux éléments sont dans un état oxydé. La Figure 5-2 montre une transition à environ 100 nm de profondeur entre le manganèse oxydé et le manganèse à l'état métallique. Le signal est trop faible et les bases de données du laboratoire insuffisantes pour déterminer toutes les formes présentes.

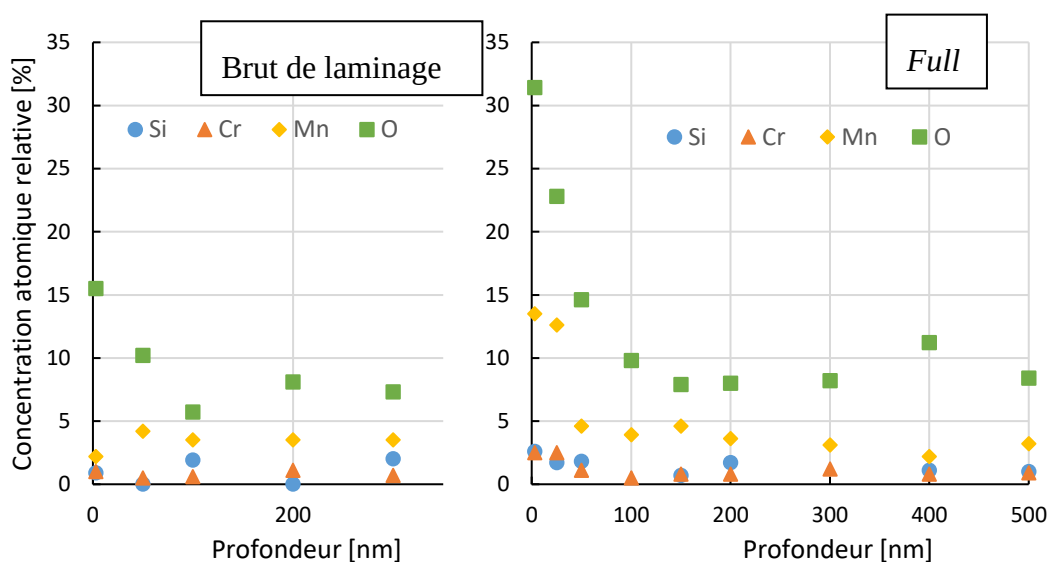


Figure 5-1 : Résultat du survol de la surface par le XPS d'un acier DP980 a) brut de laminage
b) après un traitement thermique *Full*

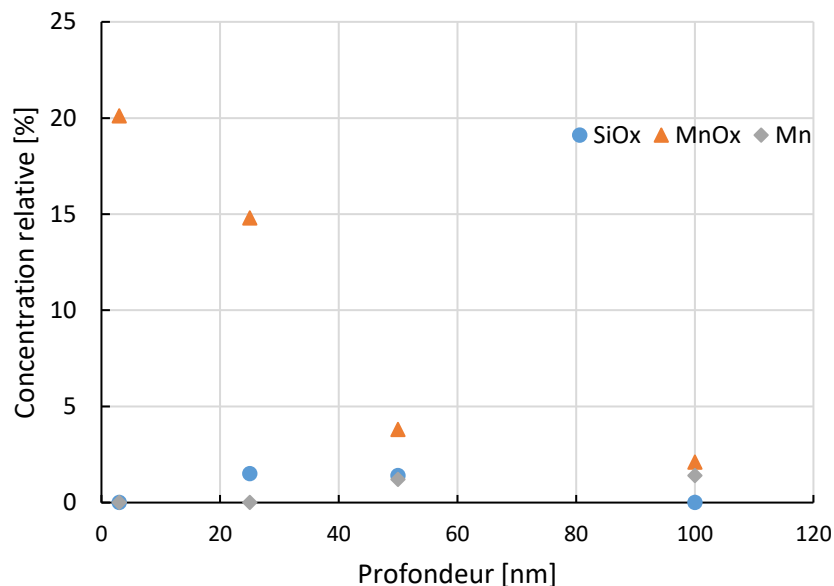


Figure 5-2 : Profil de concentration relative des oxydes de manganèse et de silicium ainsi que du manganèse métallique pour un acier DP980 après un traitement thermique *Full*

Avec ces mesures, on confirme l'oxydation superficielle du manganèse et du silicium. Ainsi la détermination de l'épaisseur de la couche d'oxyde peut se baser sur l'un des deux éléments. Il n'existe pas de consensus sur un critère pour déterminer l'épaisseur de la couche d'oxyde. Dans le cas présent, l'utilisation du manganèse est plus facile en raison de sa plus forte concentration. Comme critère pour déterminer l'épaisseur, on peut choisir le changement de pente de la courbe représentant les oxydes de manganèse ou encore lorsque la concentration en éléments sous forme oxydée est égale à la concentration sous forme métallique. Dans le premier cas, la couche d'oxyde est estimée à 50 nm; dans le second cas, la couche d'oxyde est estimée à 100 nm.

Il est à noter que la pulvérisation de la surface et donc les résultats sont sensibles à la topographie de surface. Les pics, bosses sont pulvérisés plus fortement que les anomalies topographiques en creux et sont donc à l'origine d'un signal plus élevé.

Les observations au microscope électronique ont montré que la couche d'oxyde n'était pas homogène sur toute la surface. Les oxydes forment un réseau à la surface dont la maille est d'environ 500 nm. Cette observation est en accord avec ce qui a été vu dans la littérature. L'épaisseur est donc hétérogène.

Le XPS est une technique particulièrement consommatrice de temps par rapport au GDOES et la précision apportée par le XPS à propos de l'état du manganèse et du silicium n'est pas particulièrement utile concernant l'impact sur l'émissivité, car à la surface, il est attendu que les deux éléments sont oxydés. L'émissivité est mesurée sur une surface suffisamment large par les instruments utilisés (rectangle de 10 mm x 7 mm pour le spectrophotomètre et disque de 7 mm de diamètre pour le réflectomètre) pour inclure de nombreux oxydes divers qui ne sont pas contrôlés. L'utilisation de la concentration de l'oxygène mesurée par le GDOES pourrait finalement suffire à déterminer une épaisseur d'oxyde.

5.2 Propriétés mécaniques de la phase préliminaire

Au cours de la phase préliminaire, tous les aciers ont été testés mécaniquement en traction. Dans cette section, seuls les résultats des aciers reçus galvanisés, soit les aciers HSLA et DP980, sont montrés. Ces résultats seront pertinents dans le chapitre de discussion générale.

La Figure 5-3 montre les courbes représentatives de l'acier HSLA et DP980 reçus galvanisés qui ont été testés au cours de la phase préliminaire. À partir des tests de traction, les moyennes de la limite d'élasticité, de la contrainte mécanique et de l'allongement à la rupture ont été extraites pour chacun des aciers et elles sont présentées par la Figure 5-4. La limite d'élasticité des aciers HSLA et DP980 a été mesurée respectivement à 454 et 780 MPa, quand la résistance mécanique atteint respectivement 651 et 1107 MPa. Toutes les propriétés mécaniques mesurées dépassent donc les minimums requis par leur norme respective ASTM A653 et A1079. La dispersion de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique est particulièrement faible, inférieure ou égale à 10 MPa autour de la moyenne.

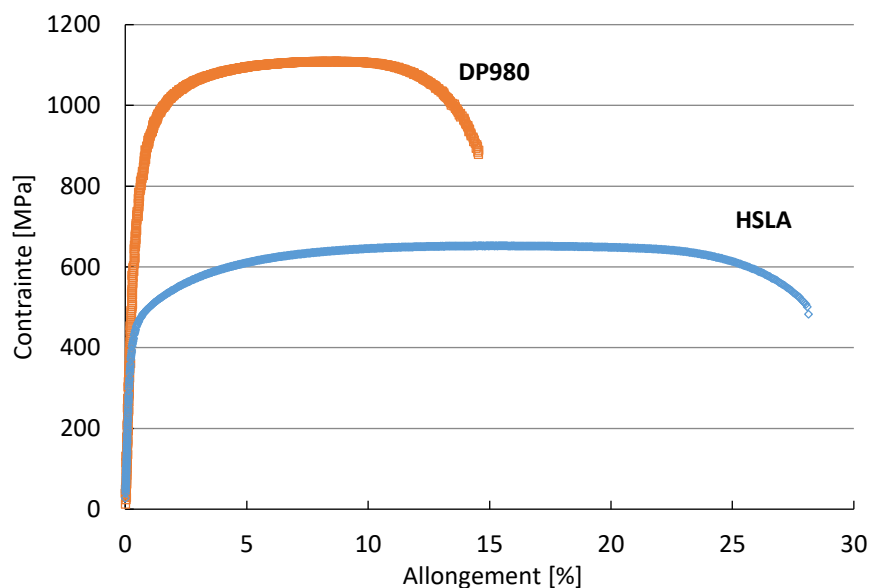


Figure 5-3 : Courbes contrainte – déformation représentatives des aciers HSLA et DP980 reçus galvanisés

La microstructure des aciers a été caractérisée de façon similaire à ce qui a été présentée dans l'article à travers la proportion surfacique et la taille des grains de ferrite. Les résultats sont montrés dans le Tableau 5-1.

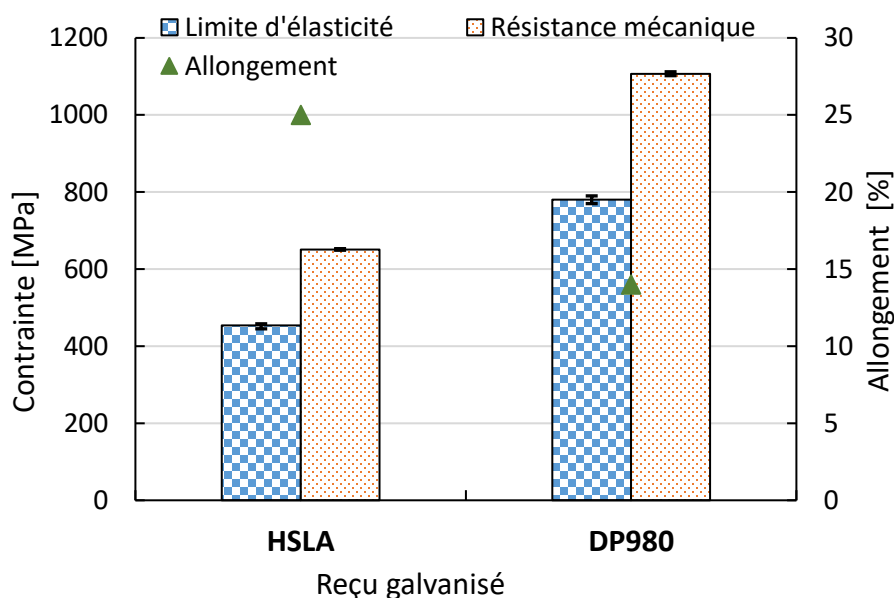


Figure 5-4 : Moyenne de la limite d'élasticité, de la contrainte mécanique et de l'allongement à la rupture des aciers HSLA et DP980 reçus galvanisés

Tableau 5-1 : Proportion surfacique et taille des grains de ferrite pour les aciers HSLA et DP980 reçus galvanisés

Reçu galvanisé		DP980	HSLA
Proportion surfacique de ferrite [%]		56	78
Longueur moyenne d'interception [μm]	Direction de laminage	3	3,8
	Direction transversale	3	3,8

5.3 Effet de la taille des éprouvettes de traction

Les mesures de l'allongement à la rupture des éprouvettes de traction ont été remises en question par les partenaires à cause de l'utilisation d'éprouvettes de petite taille par rapport celles de taille standard. Les éprouvettes de petite taille sont réputées surestimer les valeurs d'allongement à la rupture à cause notamment d'une contribution relative plus importante de la déformation hétérogène par rapport à la déformation totale de l'éprouvette.

Pour évaluer l'effet de taille des éprouvettes sur l'élongation, une campagne de test avec des éprouvettes de petite taille et de taille standard a été réalisée par une stagiaire (Donfack Djiazet, 2016).

Le Tableau 5-2 permet de comparer les moyennes d'élongation à la rupture selon la taille d'éprouvette pour deux méthodes de caractérisation. Contrairement à ce qui était attendu, ces résultats n'ont pas pu mettre en évidence une variation de l'allongement à la rupture en association avec la taille de l'éprouvette de traction. L'allongement à la rupture des petites éprouvettes peut donc être utilisé pour valider la norme.

Tableau 5-2 : Comparaison de l'élongation à la rupture à la fin d'un essai de traction uniaxial selon la taille des éprouvettes et la méthode de mesure

	Taille d'éprouvette	Extenso - E%	DIC - E%
DP980	Petite – 25mm	14%	15%
	Standard – 50mm	-	14%
HSLA	Petite – 25mm	28%	29%
	Standard – 50mm	-	28%

5.4 Localisation de la rupture des éprouvettes de traction

Il est à noter que les éprouvettes de traction se rompent de façon quasi systématique à la sortie des congés de raccordement (Figure 5-5). Cette quasi-systématicité et cette localisation amènent à penser qu'il existe une raison expérimentale : traitement thermique, usinage ou montage.

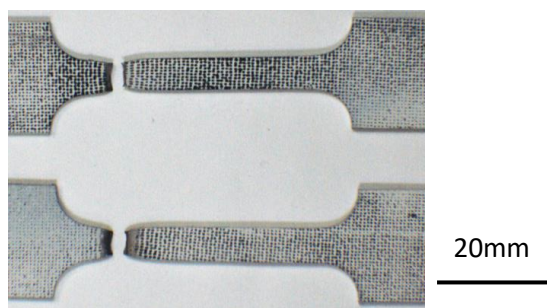


Figure 5-5 : Deux éprouvettes de petite taille après un essai de traction, la rupture est localisée au même endroit

L'hétérogénéité de la température au cours du traitement est spécifiquement analysée dans le paragraphe suivant. En effet, il a été mesuré une hétérogénéité de dureté dans les coupons traités. L'hétérogénéité est à ce stade considérée comme la cause principale de la dissymétrie de la rupture.

Concernant l'usinage des éprouvettes, il n'y a pas eu de contrôle dimensionnel méthodique réalisé pour mettre en évidence des variations systématiques ou valider la bonne réalisation de l'usinage. La discussion avec le technicien responsable de l'usinage n'a pas permis de mettre en évidence une irrégularité lors de la fabrication, cependant une vérification géométrique pourrait être conduite dans une étude ultérieure. Trois caractéristiques doivent être recherchées en premier lieu, le parallélisme de la section réduite, un surcreusement des congés et l'alignement des centres des congés. En effet, la sortie du congé est un endroit de concentration de contrainte liée à la géométrie, il en résulte que c'est un endroit plus sensible que le reste de la section réduite.

Une hypothèse concernant le montage expérimental pour expliquer la localisation systématique du bris à cet endroit est la faible épaisseur des éprouvettes qui les rend très sensibles au phénomène de torsion. Effectivement, le système de serrage se fait grâce à des mors qui se ferment à l'aide d'un pas de vis. Malgré toutes les précautions, le serrage de la vis est susceptible d'introduire un moment de torsion dans l'éprouvette. Cependant la pratique d'essai au laboratoire n'a pas été modifiée au cours de la période de nos essais, et il n'a pas été constaté de dissymétrie de rupture systématique sur d'autres campagnes d'essais que la nôtre. Le serrage peut probablement être mis hors cause pour expliquer les ruptures dissymétriques systématiques.

Une conséquence pratique de cette localisation très décentrée de la rupture est qu'elle se produit en dehors ou sous la lame de l'extensomètre; ce qui rend invalide la mesure de l'élongation à partir du point de striction. L'utilisation du DIC en cours d'étude a permis de s'affranchir de cette difficulté. C'est la raison pour laquelle les résultats de l'allongement à la rupture ne sont pas présentés pour les traitements thermiques $\pm 25^{\circ}\text{C}$.

Une autre interrogation du bris localisé quasi systématique à la sortie du congé concerne la validité des résistances mesurées. Les résistances d'élasticité et mécaniques déterminées dans le cas d'un bris localisé n'ont pas une tendance ou un comportement particulier. Il est possible en revanche que cela participe à l'incertitude sur les résultats.

La localisation systématique de la rupture des éprouvettes à la sortie des congés de raccordement provient d'une hétérogénéité du matériau traité dans le simulateur de galvanisation. À condition d'intégrer cette hétérogénéité pour déterminer les conditions de traitement thermique effectives de chaque éprouvette, les résultats de résistance et de ductilité sont légèrement sous-évalués.

Pratiquement tous les résultats de contrainte moyenne présentés dans ce mémoire incluent les deux types de ruptures sans faire de distinction.

5.5 Uniformité de la température du coupon de test lors du traitement thermique

Au cours du projet, plusieurs éléments caractéristiques d'une hétérogénéité du matériau : bris localisé systématique pour les éprouvettes traitées par simulateur, microstructure de l'acier inconséquente avec le cycle thermique et les propriétés mécaniques, ont été mis en évidence. Une étude a été entreprise pour caractériser l'hétérogénéité de la température du coupon au cours du cycle thermique.

5.5.1 Caractérisation de l'hétérogénéité de la température du coupon

Mis à part l'article (Bellhouse et al., 2007) affirmant qu'il existe un carré de 90 mm centré sur le coupon où la température est homogène, il n'existe pas d'autre documentation disponible permettant de quantifier l'hétérogénéité de la température du coupon par rapport à ce que mesure le thermocouple. Les seules indications à propos de l'uniformité de la température sont fournies par le responsable du MGS qui estime la zone de température homogène ($\pm 5^{\circ}\text{C}$) du haut du coupon (sauf autour de l'attache avec la canne) jusqu'à 20 mm du bord inférieur selon une ligne centrée. Près du bord inférieur, plus on s'éloigne de cette ligne médiane, plus la zone froide s'élargit pour être maximale dans les coins, la zone froide décrirait une parabole en forme de U.

La non-uniformité a été évaluée par une cartographie de la dureté et la comparaison d'une microstructure du pourtour du coupon par rapport à celles présentées dans l'article. Une variation de température engendre une variation de la proportion ferrite / martensite qui se mesure avec la dureté. Une température plus élevée permet de générer une plus grande proportion de martensite et ainsi une plus grande dureté.

5.5.2 Acier DP980

5.5.2.1 Cartographie de l'hétérogénéité de température du coupon

Afin de faire ressortir la non-uniformité de température, une cartographie de la dureté en Rockwell A selon la norme ASTM E18 a été réalisée sur un coupon DP980 traité selon le cycle nominal. La Figure 5-6 montre la carte des mesures effectuées. La valeur de dureté en chaque point est une seule valeur; elle n'a pas la stabilité d'une valeur moyenne sur 4 mesures mais la distribution est suffisamment représentative. La dureté est la plus élevée près du thermocouple et vaut environ 66,5 HRA. Il y a un gradient de dureté entre le centre et le pourtour du coupon. La dureté est la plus faible dans les coins et sur le bord supérieur, 55-58 HRA.

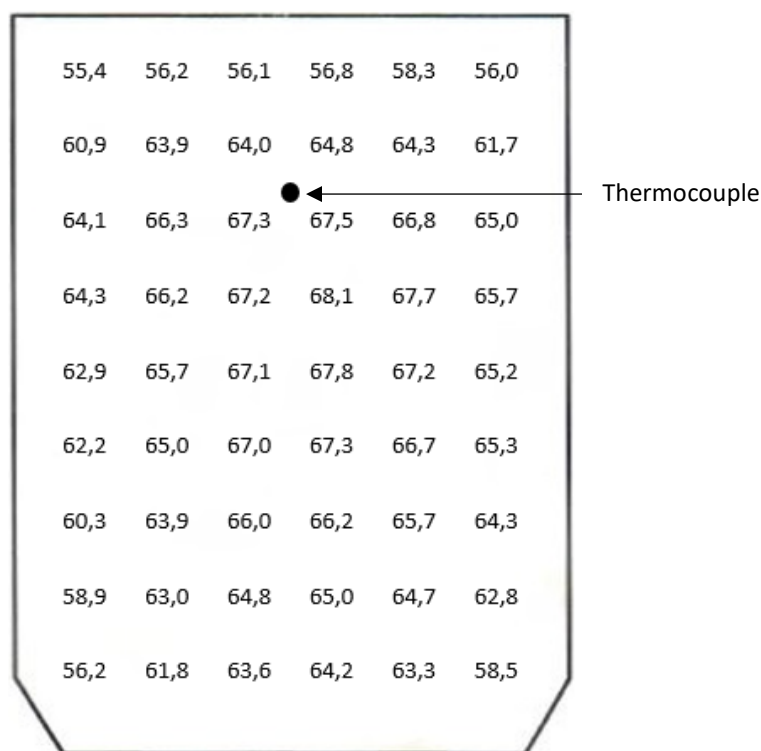


Figure 5-6 : Relevé de la dureté (une mesure) Rockwell A sur un coupon de DP980 traité thermiquement selon le cycle nominal dans le MGS

Il est possible grâce aux cycles thermiques altérés d'obtenir une relation entre la dureté et la température maximale au cours du cycle thermique sur la plage de température expérimentée (Figure 5-7). Une moyenne de trois – quatre mesures de dureté à proximité du thermocouple a été

effectuée. La relation dureté – température peut être approximée linéairement sur cette plage de température. On peut en déduire la cartographie de la température d'un coupon traité selon le cycle nominal (Figure 5-8).

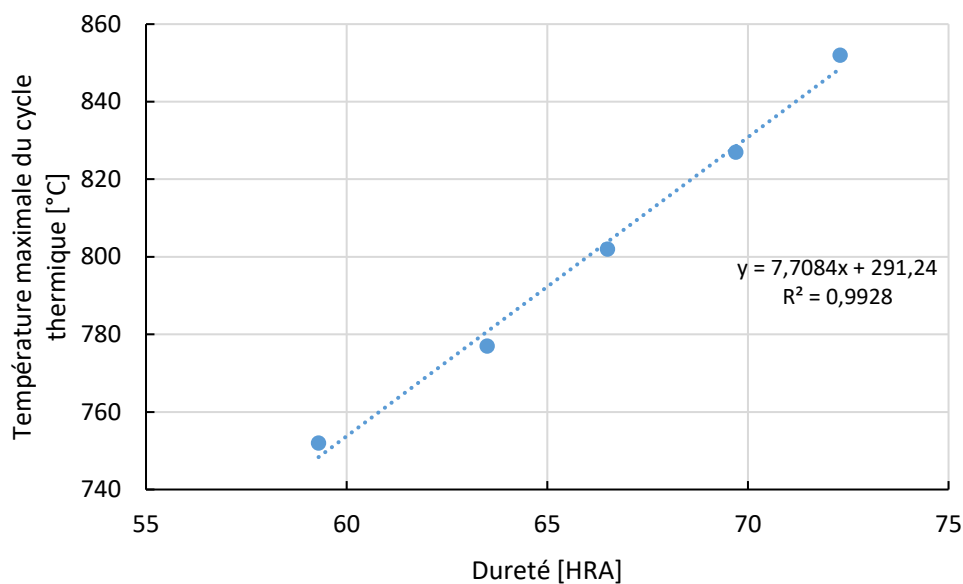


Figure 5-7 : DP980 – Évolution de la dureté avec la température de traitement thermique - Mesures effectuées à proximité du thermocouple

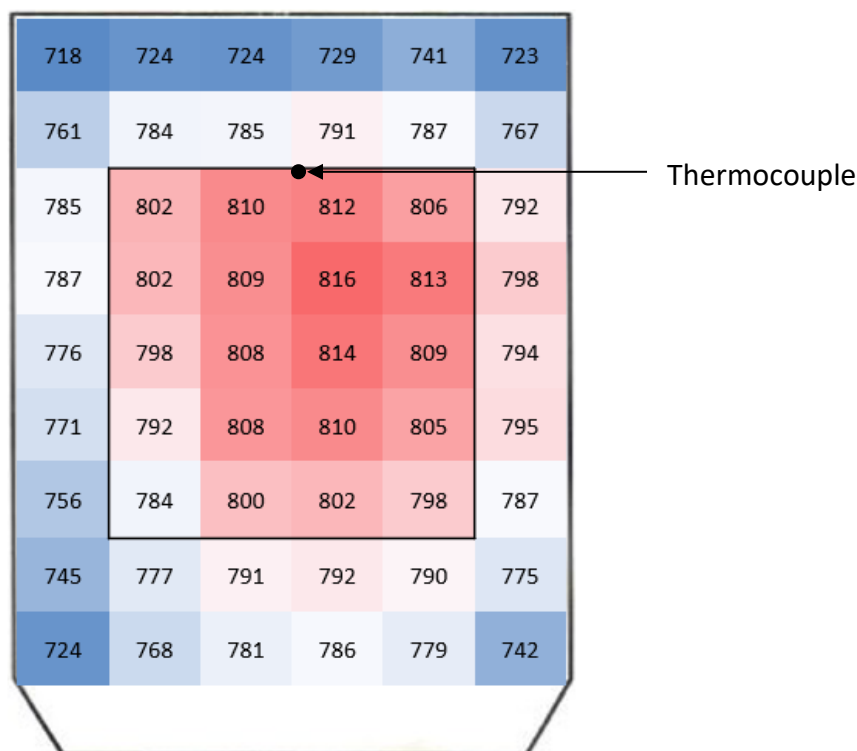


Figure 5-8 : Cartographie de l'estimation de la température maximale [°C] d'une face d'un coupon de DP980 lors d'un cycle nominal (température visée 802°C). Le bleu indique les températures plus froides, le rouge les températures plus chaudes

Sur la Figure 5-8, il est possible de noter en plus d'un gradient de température lié à l'effet de bord, la présence d'une dissymétrie latérale avec un côté plus froid que l'autre. Cette observation permet d'appuyer l'hypothèse d'une variation de microstructure dans l'éprouvette de traction afin d'expliquer la cause des ruptures localisées des éprouvettes de traction.

À partir de cette cartographie, le centre du coupon est une zone de température uniforme à $\pm 10^\circ\text{C}$ environ. Sur la Figure 5-8, cette zone est entourée par un cadre noir et sa température moyenne est de 805°C au lieu de 802°C.

5.5.2.2 Hétérogénéité de la microstructure du coupon

Les Figure 5-9 et Figure 5-10 comparent les microstructures issues d'une zone à proximité du thermocouple et du coin inférieur d'un coupon d'un acier DP980. Ces microstructures sont composées de ferrite et de martensite. Le Tableau 5-3 répertorie les paramètres microstructuraux :

fraction surfacique de ferrite et taille de grain, qui ont été mesurés sur ces microstructures. Dans le tableau, il est fait référence à la fraction surfacique de la ferrite, car la ferrite est un indicateur de phase molle et elle est plus facilement mesurable par traitement d'image. Il a été admis compte tenu du traitement thermique effectué que ce qui n'était pas de la ferrite correspondait à de la martensite, cependant aucune analyse ou mesure n'a été réalisée pour vérifier l'hypothèse.

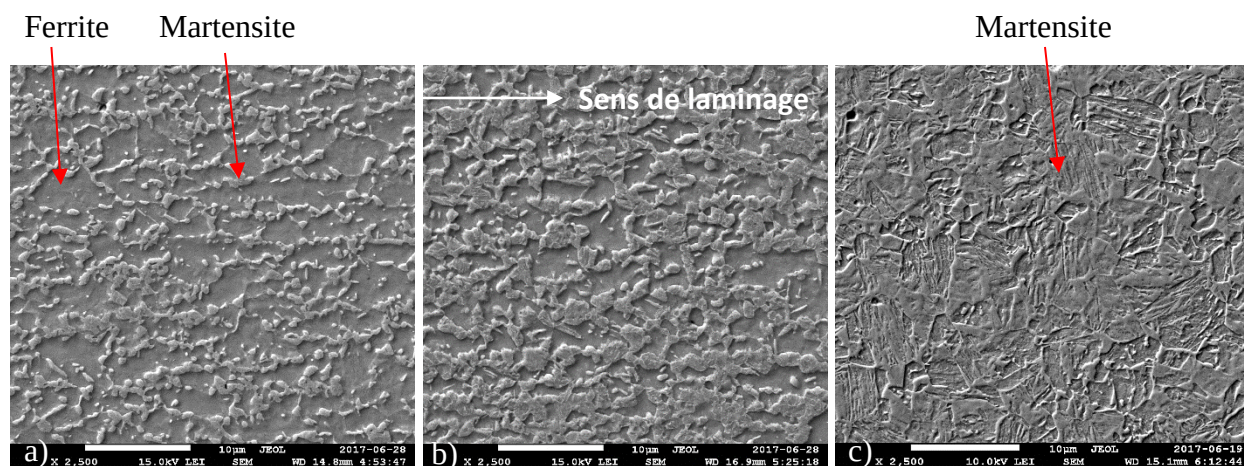


Figure 5-9 : Microstructure observées au MEB à proximité du thermocouple pour un coupon d'acier DP980 a) -50°C; b) Nominal; c) +50°C

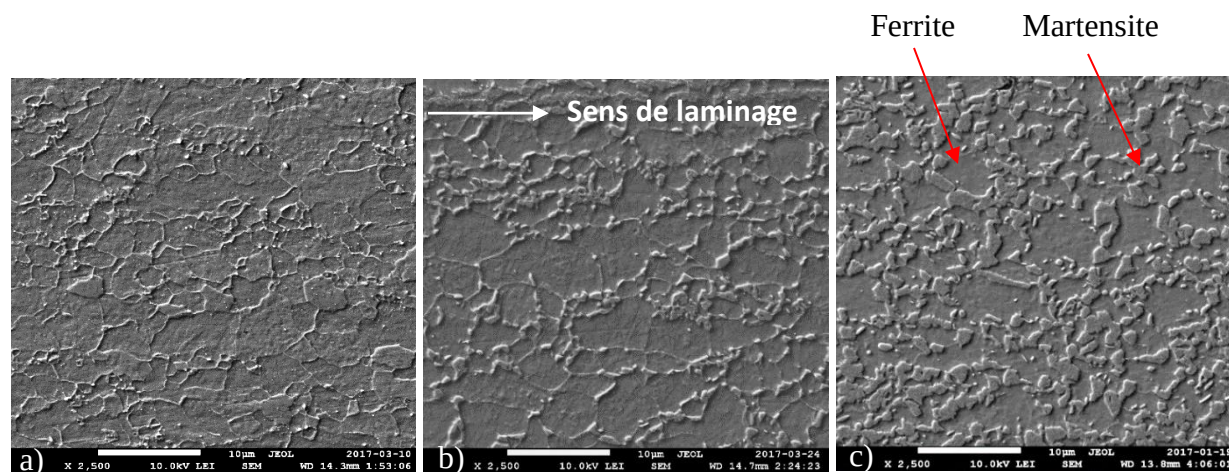


Figure 5-10 : Microstructures observées au MEB issues du pourtour d'un acier DP980 traité thermiquement selon le cycle a) -50°C; b) Nominal; c) +50°C

Tableau 5-3 : Paramètres microstructuraux mesurés sur les microstructures issues du pourtour du coupon d'un acier DP980

Traitements thermiques		-50 C	-25 C	Nominal	+25 C	+50 C
Fraction surfacique de ferrite [%]		92	79	81	80	52
Taille moyenne des grains [µm]	Sens de laminage	3,5	3,1	3,2	3,4	2,6
	Sens transversal	2,8	2,5	2,6	2,3	2,2

En comparant les résultats du Tableau 5-3 avec ceux de Table 4-3 décrivant la microstructure au centre du coupon, on observe une différence significative de fraction surfacique de ferrite pour tous les traitements thermiques. De façon générale, la fraction surfacique de ferrite est supérieure lorsque la microstructure provient du pourtour de l'échantillon. Cette observation est en accord avec la cartographie de la Figure 5-8 montrant que le pourtour est plus froid et la dureté plus faible près des bords des coupons.

En tentant d'effectuer un lien entre les propriétés mécaniques et la microstructure, il y a une incohérence entre les caractéristiques microstructurales du pourtour et les propriétés mécaniques des éprouvettes provenant du centre du coupon pour les cycles thermiques -25°C, nominal, +25°C. Pour ces trois cycles thermiques, les résistances mécaniques et les limites d'élasticité augmentent alors que la fraction volumique de ferrite atteint un palier et la taille des grains reste stable. La microstructure ne permet pas d'expliquer les propriétés mécaniques.

5.5.3 HSLA

5.5.3.1 Cartographie de l'hétérogénéité de température du coupon

De la même façon que l'acier DP980, afin d'évaluer l'effet de la non-uniformité de la température sur le coupon de HSLA, une cartographie de la dureté d'un coupon ayant suivi le cycle nominal a été réalisée (Figure 5-11) puis une relation entre la dureté et la température a été construite à partir des trois cycles thermiques différents (Figure 5-12). La Figure 5-13 indique la température équivalente.

Les variations de la dureté mesurée sur le coupon de HSLA (5,6 HRA) sont plus faibles que celles du coupon de DP980 (12,7 HRA). La distribution de la dureté sur le coupon de HSLA est similaire à celle sur le DP980. La plage de dureté obtenue avec les trois cycles thermiques est relativement restreinte avec un écart de seulement 3 HRA entre les cycles -50°C et $+50^{\circ}\text{C}$. Cela engendre une grande sensibilité aux petites variations de dureté de la température reconstruite. De plus, les duretés les plus faibles sont nettement à l'extérieur de la relation d'équivalence mise en évidence. Il n'est pas sûr que l'extrapolation de la relation en dehors de la plage de dureté déterminée soit valide.

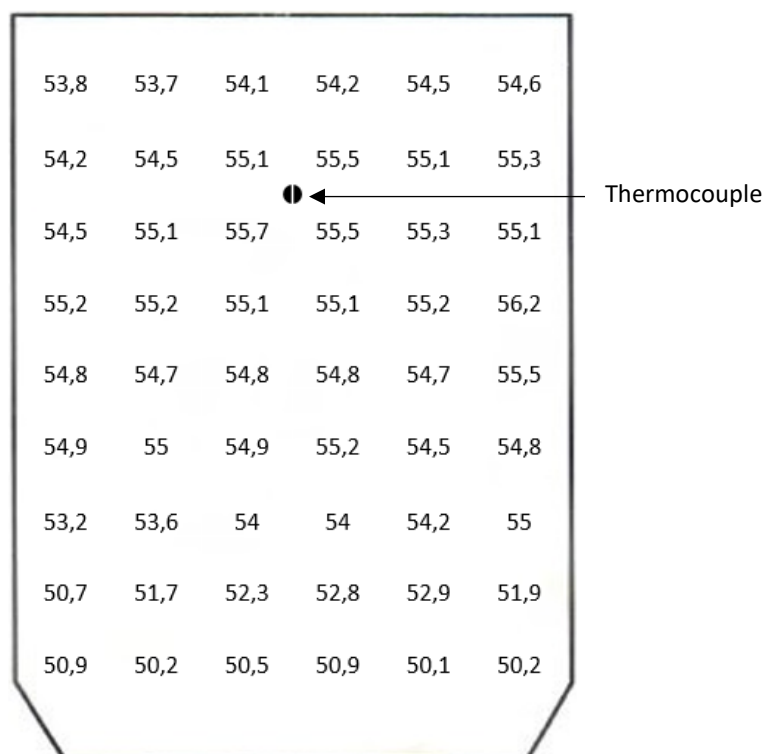


Figure 5-11 : Relevé de la dureté en Rockwell A sur un coupon traité thermiquement selon le cycle nominal dans le MGS

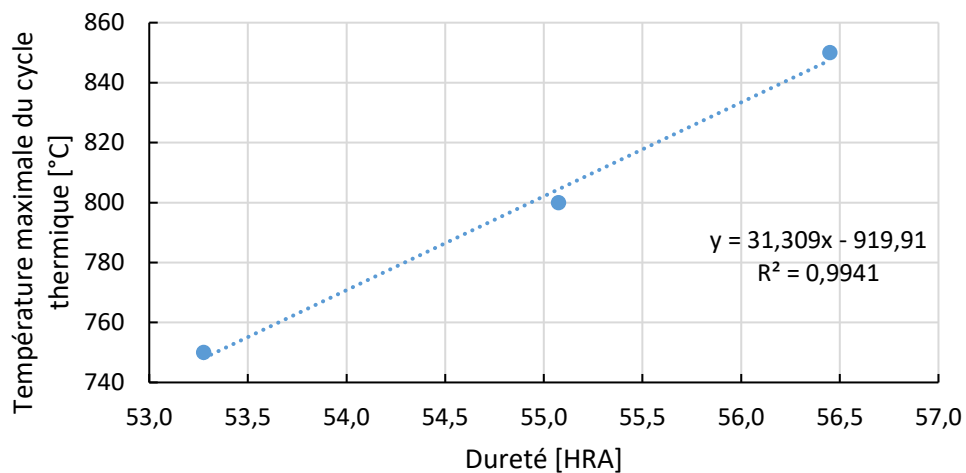


Figure 5-12 : Moyennes des duretés mesurées à proximité du thermocouple pour chaque traitement thermique

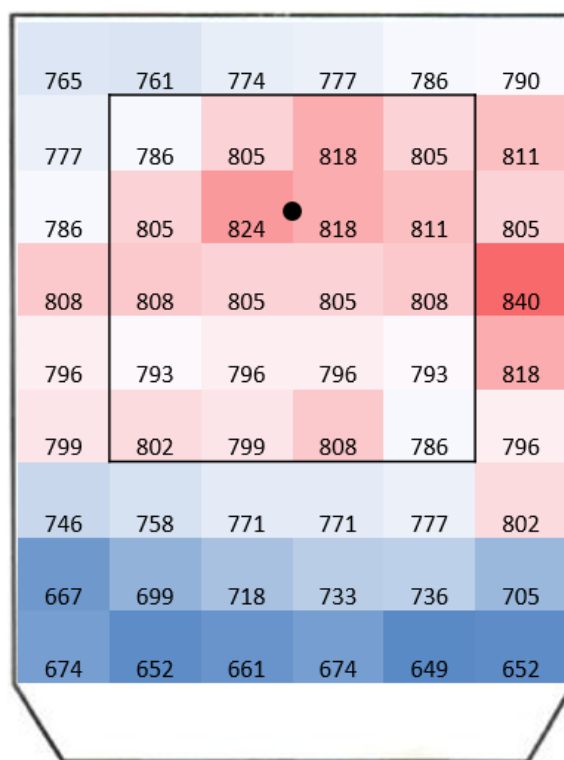


Figure 5-13 : Cartographie de l'estimation de la température maximale [°C] d'une face d'un coupon de HSLA lors d'un cycle nominal (température visée 805°C). Le bleu indique les températures plus froides, le rouge les températures plus chaudes

Comme pour l'acier DP980, il existe un gradient de température vertical et une légère dissymétrie latérale de température sur le coupon. Il est plus difficile de définir une zone de température homogène à cause de la sensibilité élevée de la température à la dureté. La zone entourée d'un cadre noir décrit une température uniforme à $\pm 10^{\circ}\text{C}$ environ et dont la température moyenne est de 804°C au lieu de 800°C .

5.5.3.2 Hétérogénéité de la microstructure du coupon

Les Figure 5-14 et Figure 5-15 montrent les microstructures issues d'une zone à proximité du thermo couple et du pourtour d'un coupon d'un acier HSLA. Le Tableau 5-4 répertorie les tailles de grain qui ont été mesurées sur ces microstructures. Les microstructures issues du pourtour observées montrent de la ferrite, mais pas la présence de martensite.

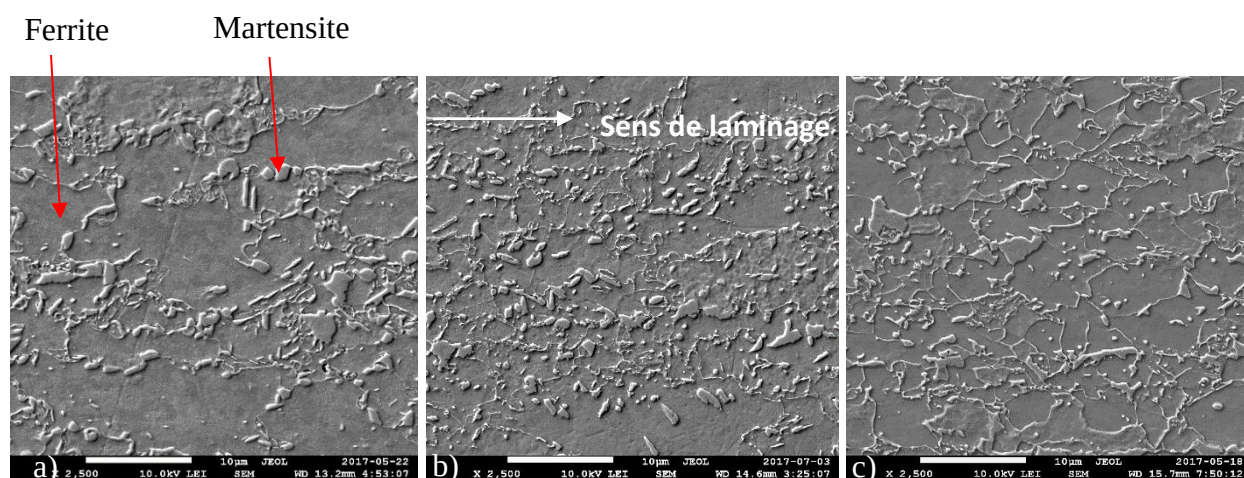


Figure 5-14 : Microstructure observées au MEB à proximité du thermocouple pour un coupon d'acier HSLA a) -50°C ; b) Nominal; c) $+50^{\circ}\text{C}$

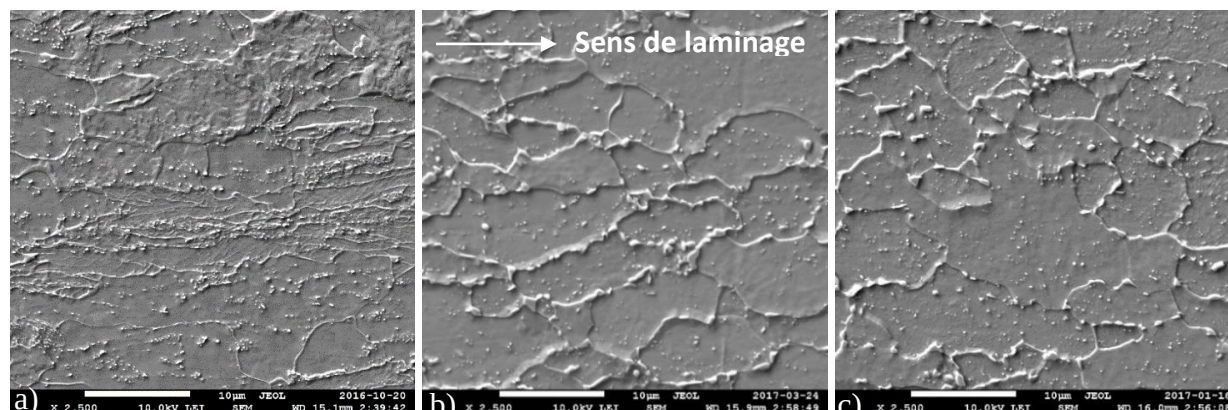


Figure 5-15 : Microstructures observées au MEB issues du pourtour d'un acier HSLA traité thermiquement selon le cycle a) -50°C; b) Nominal; c) +50°C

Tableau 5-4 : Paramètres microstructuraux mesurés sur les microstructures issues du pourtour du coupon d'un acier HSLA

Traitement thermique		-50 C	Nominal	+50 C
Taille moyenne des grains [µm]	Sens de laminage	10,2	8,1	8,3
	Sens transversal	5,3	5,2	5,6

Entre les microstructures provenant du milieu du coupon et celles du pourtour, il y a des différences visuelles et mesurées des caractéristiques microstructurales.

Dans le cas du cycle thermique dévié de -50°C, certains grains de la microstructure attaquée ont une morphologie plissée, feuilletée. Yang (Yang et al., 1985), pour un acier assez semblable, décrit la ferrite non recristallisée et attaquée au Nital comme rugueuse (*rough etching*). Dans le cas du cycle thermique -50°C, cela correspond à une température de 755°C mesurée par le thermocouple au centre du coupon, elle est nettement inférieure sur le pourtour. Ainsi la microstructure indiquerait que la recristallisation de la ferrite n'est pas complète et les points blancs seraient de la perlite sphéroidisée. Les grains sont fortement anisotropes.

Les microstructures pour les deux autres traitements thermiques, nominal et +50°C, sont très similaires.

5.5.4 Hétérogénéité de température; zone exploitable du coupon

L'hétérogénéité de la température du coupon au cours du cycle thermique et la définition d'une zone d'uniformité de $\pm 10^{\circ}\text{C}$ amènent une contrainte sur la zone exploitable du coupon en raison de son impact sur la microstructure et les propriétés mécaniques. En effet, il est attendu que les propriétés mécaniques en dehors de la zone de température uniforme sont moins élevées que celles en dedans.

Pour le HSLA, en tenant compte de l'homogénéité des propriétés mécaniques qui sont présentées dans l'article, de l'échelle de dureté et de la localisation des éprouvettes de traction tel qu'indiqué sur la Figure 3-8, l'hétérogénéité de la température du coupon affecte peu les propriétés mécaniques. L'utilisation de toutes les éprouvettes pour déterminer les propriétés mécaniques est justifiée.

À l'inverse pour l'acier DP980, au vu de la sensibilité des propriétés mécaniques à la température et de l'hétérogénéité de température du coupon, la position des éprouvettes est importante.

L'absence de relevé précis concernant la localisation des éprouvettes de traction sur le coupon ne permet pas d'effectuer une sélection des éprouvettes valides. Il est cependant possible de faire un positionnement approximatif par rapport à la zone de température uniforme. La Figure 5-16 montre approximativement l'emplacement de l'usinage des éprouvettes de traction par rapport à la délimitation de la zone de température uniforme pour l'acier DP980. À partir de la Figure 5-16, il apparaît que seulement 1 ou 2 éprouvettes appartiennent à la zone de température uniforme et puissent être utilisées pour la détermination des propriétés mécaniques.

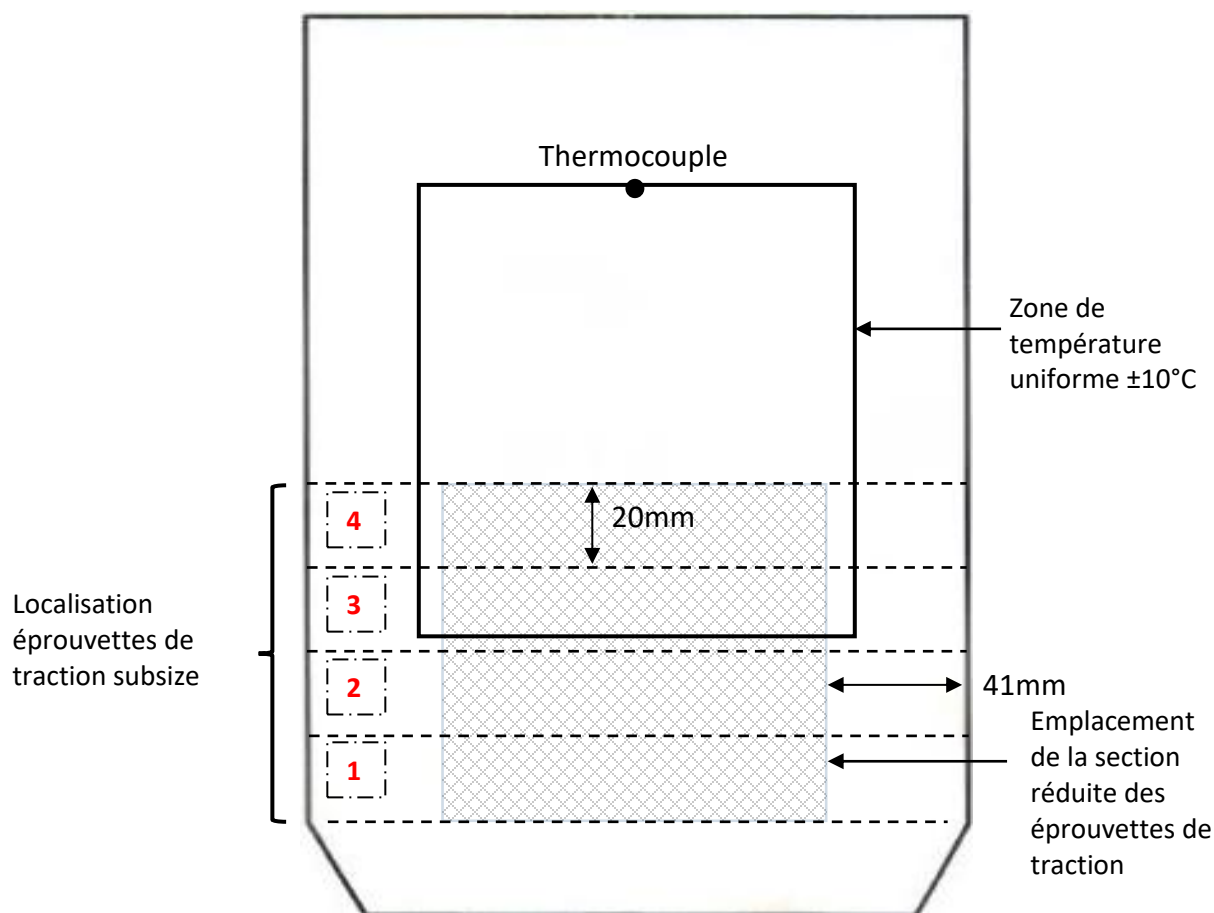


Figure 5-16 : Schéma localisant approximativement la position d'extraction des éprouvettes de traction par rapport à la zone de température uniforme pour l'acier DP980

Pour valider le choix de ne garder que les propriétés maximales des tests de traction, et afin d'avoir une approximation de la température atteinte pendant le cycle thermique par l'acier des éprouvettes de traction, des mesures de dureté ont été réalisées sur les têtes des éprouvettes après leur rupture. Ces mesures de duretés n'ont été réalisées qu'avec les éprouvettes du cycle nominal. Pour une meilleure compréhension, les mesures de dureté sont plutôt montrées sous forme de température dans le Tableau 5-5 grâce à la relation dureté – température de la Figure 5-7.

Toutes les éprouvettes du cycle nominal ont brisé à la sortie du congé de raccordement. Dans le Tableau 5-5, la dénomination tête courte correspond à la longueur de section réduite la plus courte. La dénomination extérieure correspond au bord du coupon et la dénomination intérieure à la zone

proche de la section réduite. L'approximation de la température de la section réduite est une moyenne des deux températures intérieures.

Avec le Tableau 5-5, une seule éprouvette se trouve à une température cible $\pm 10^\circ\text{C}$. Il en résulte que pour être le plus représentatif du cycle thermique appliqué, il ne faut garder que l'éprouvette avec les propriétés maximales.

Tableau 5-5 : Estimation à partir de la dureté de la température [$^\circ\text{C}$] locale du coupon pour un cycle nominal (réglage : 802°C)

#	Tête courte			Approximation section réduite	Tête longue		
	Extérieure		Intérieure		Intérieure		Extérieure
1	765	776	786	793	800	810	785
2	773	785	768	786	804	801	767
3	756	767	768	765	762	786	774
4	707	741	761	762	763	755	741

Comme l'acier DP980 est sensible à la température et puisque l'hétérogénéité de la température du coupon affecte le nombre d'éprouvettes de traction représentatif, la conclusion de l'article doit être réanalysée.

5.6 Simulation du cycle thermique et prédiction de la microstructure

Le logiciel JMatPro (v9.0) a été utilisé pour simuler le refroidissement du cycle thermique de l'acier DP980 et comparer les microstructures finales avec les tests effectués dans le MGS. Dans un premier temps, un diagramme de transformation en refroidissement continu a été construit dans le cas d'un revenu à 802°C , soit le cycle thermique nominal (Figure 5-17). À partir de ce diagramme et avec les étapes de refroidissement du cycle nominal, la Figure 5-18 a été construite. La lecture de cette figure se fait de droite à gauche lorsque la température diminue. À la température de revenu maximale, le logiciel détermine la proportion des phases de ferrite et d'austénite dans le domaine intercritique. Lors du refroidissement la phase de ferrite est stable alors que l'austénite se décompose d'abord en bainite à 531°C puis en martensite à partir de 349°C . Ces calculs ont été

réalisés pour tous les cycles thermiques de l'acier DP980. À partir de ces résultats, la Figure 5-19 a été construite afin de comparer la valeur de la proportion de ferrite. Il apparaît que les résultats sont différents entre ce qui est proposé par JMatPro et ce qui a été mesuré. Cette différence s'explique par le fonctionnement du logiciel. En effet, à l'état initial de la simulation, le logiciel considère un état d'équilibre des phases or le cycle thermique nominal ne permet à l'acier d'atteindre l'état d'équilibre. La vitesse de chauffage est trop rapide et il n'y a pas de maintien à haute température.

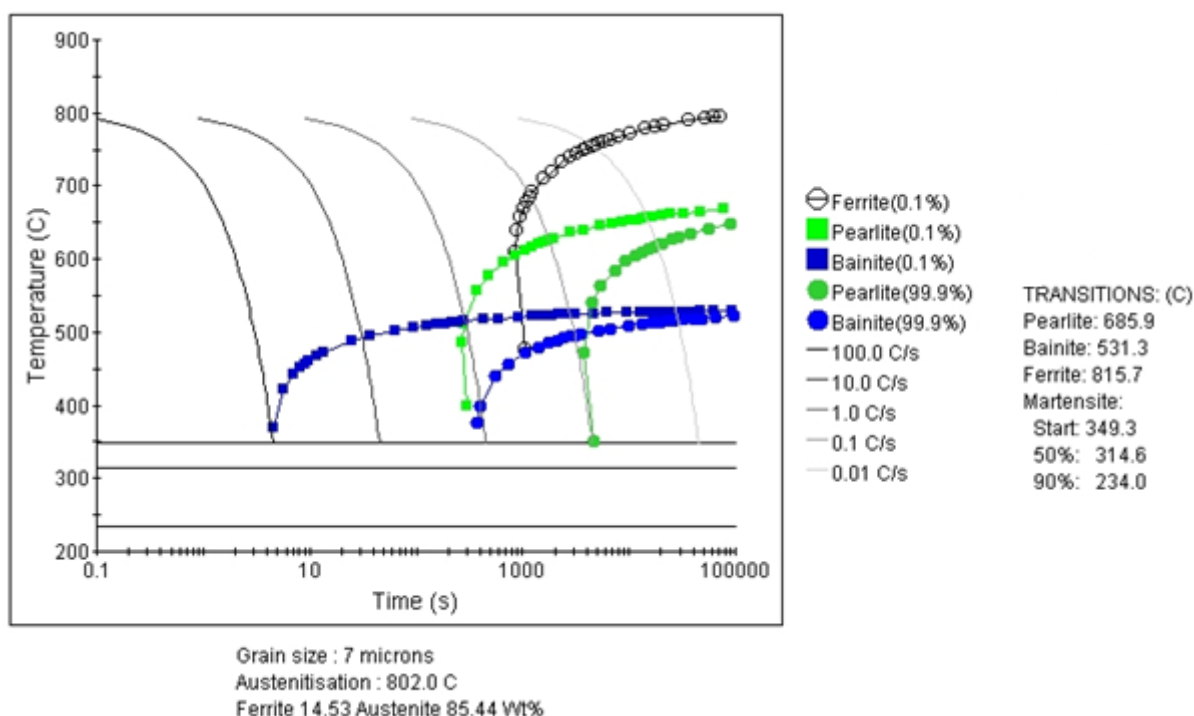


Figure 5-17 : Diagramme de transformation en refroidissement continu de l'acier DP980 pour le cycle thermique nominal obtenu avec JMatPro

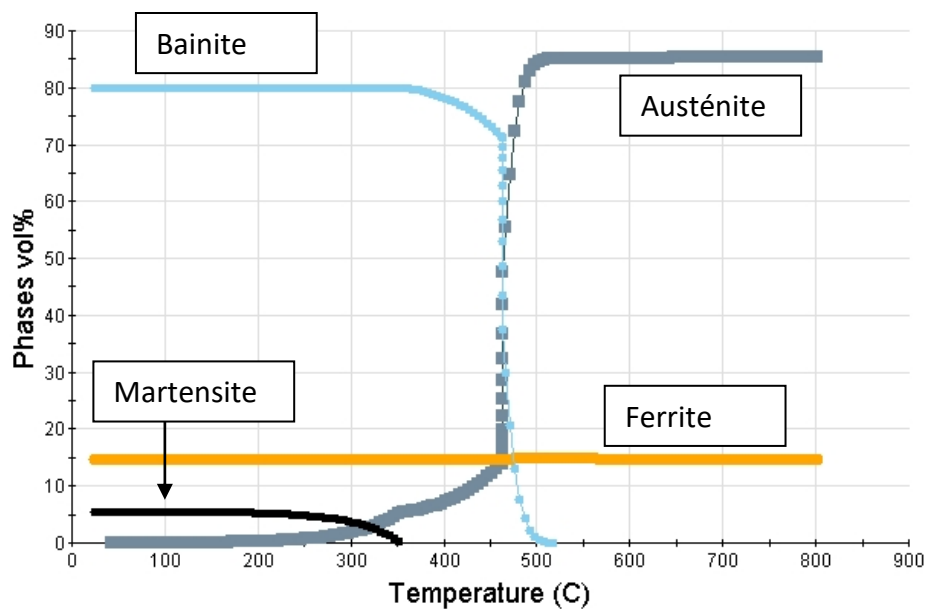


Figure 5-18 : Diagramme de l'évolution de la proportion des phases pendant le refroidissement du cycle nominal de l'acier DP980 obtenu avec JMatPro

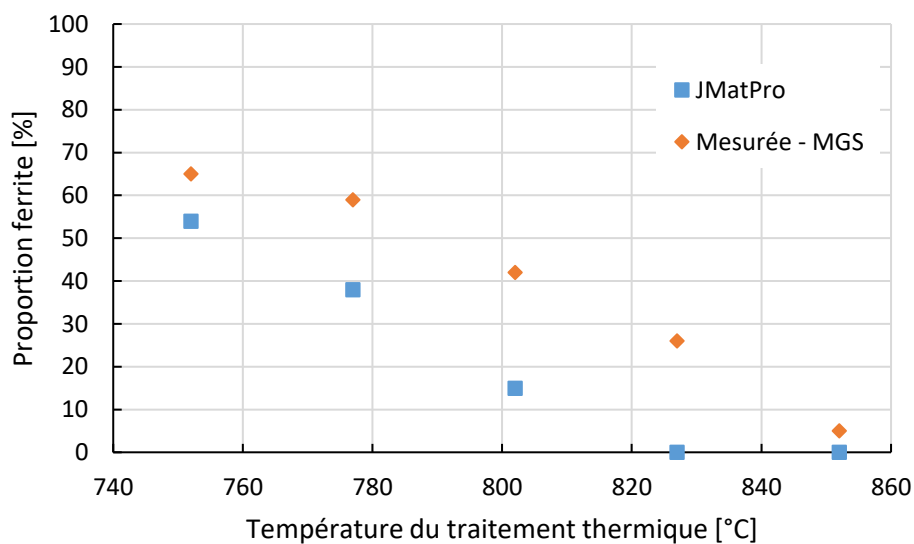


Figure 5-19 : Évolution de la proportion de ferrite calculée par JMatPro et mesurée à proximité du thermocouple pour tous les cycles thermiques

Dans la revue de littérature, il a été mis en évidence que les modèles de prévision de microstructure ont du mal à reproduire les transformations, l'austénitisation notamment (Huang et al., 2004), provoqués par les traitements thermiques rapides qui sont loin de l'équilibre. En se fiant à (Girina et al., 2003; Mohanty et al., 2011), il apparaît que les phases issues de la décomposition de l'austénite pour un acier *dual phase* dépend des étapes précédentes du cycle thermique. La bainite peut être défavorisée au profit d'un retour vers de la ferrite et de la martensite si la microstructure est plus loin de l'équilibre. Les observations des microstructures de l'acier DP980 n'ont pas permis de mettre en évidence s'il y avait de la bainite en plus de la martensite.

CHAPITRE 6 DISCUSSION GÉNÉRALE

Dans ce chapitre, plusieurs points sont abordés en rapport avec les résultats présentés. Dans un premier temps, l'effet de l'hétérogénéité de la température du coupon sur les propriétés mécaniques sera discuté; ensuite, une comparaison des propriétés mécaniques entre le cycle nominal et l'acier reçu galvanisé sera menée. À la fin, la portée et les limites de l'étude seront mises en évidence.

6.1 Interprétation des résultats mécaniques en intégrant l'hétérogénéité de la température du coupon

Dans l'article présenté dans le Chapitre 4, les limites d'élasticité et les résistances mécaniques utilisées sont les moyennes de toutes les valeurs pour chaque traitement thermique. La représentativité de la moyenne peut être remise en question. En effet, la moyenne sous-estime les propriétés mécaniques, car elle intègre des éprouvettes qui ont une dureté plus faible, caractéristique d'une température maximale plus faible comme il a été montré dans la section 5.5. Dans cette même section, il a été défini qu'une seule éprouvette de l'acier DP980 appartenait à la zone de température uniforme $\pm 10^{\circ}\text{C}$. De plus, les microstructures observées proviennent de la proximité immédiate du thermocouple, les propriétés mécaniques qui leur correspondent sont les propriétés maximales.

Ultimement, l'objectif est de déterminer l'écart de température maximale pour que les propriétés en traction demeurent acceptables. Il est donc nécessaire que les propriétés mesurées soient le plus représentatives.

6.1.1 Acier DP980

La Figure 6-1 reprend les résultats des moyennes de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique de l'acier DP980 et les compare aux valeurs maximales en fonction de la température maximale du traitement thermique. Les tendances entre moyenne et maximales sont les mêmes. L'évolution des propriétés mécaniques est la plus grande entre 777°C et 827°C . La différence entre les deux valeurs est plus marquée à haute température.

La Figure 6-2 représente l'évolution des propriétés mécaniques avec la proportion surfacique de ferrite. Cette figure compare également l'évolution des valeurs maximales et les moyennes pour la limite d'élasticité et la résistance mécanique. Les propriétés mécaniques évoluent de façon similaire. En dessous de 25% de ferrite, la limite d'élasticité et la résistance mécanique diminuent peu avec l'augmentation de ferrite. Une diminution nette des propriétés est observée entre 25% et environ 60% de ferrite. Au-dessus de 60% de ferrite, la tendance n'est pas évidente. La limite d'élasticité semble continuer à baisser alors que la résistance mécanique semble atteindre un plateau.

Finalement, cette plus grande sensibilité des propriétés mécaniques de l'acier DP980 lorsque la proportion surfacique de ferrite est tracée en fonction de la température maximale du cycle thermique (Figure 6-3). La proportion surfacique de ferrite entre 752°C et 852°C diminue de 65% à environ 5% pour le DP980 et de seulement 81% à 75% pour le HSLA.

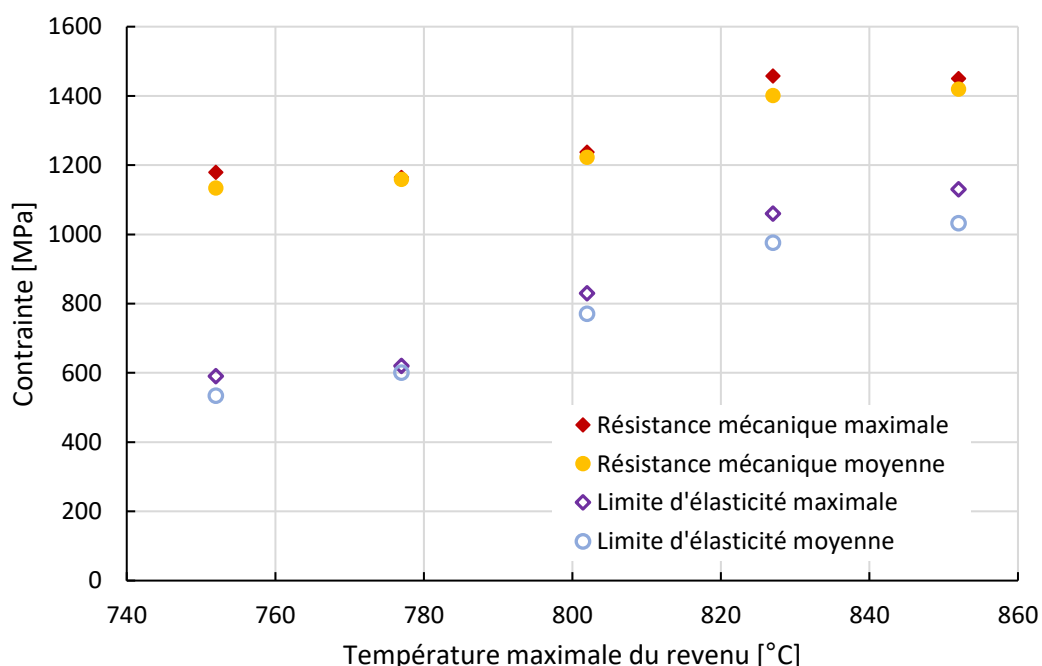


Figure 6-1 : Acier DP980 : évolution de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique moyenne et maximale en fonction de la température maximale estimée sur coupon

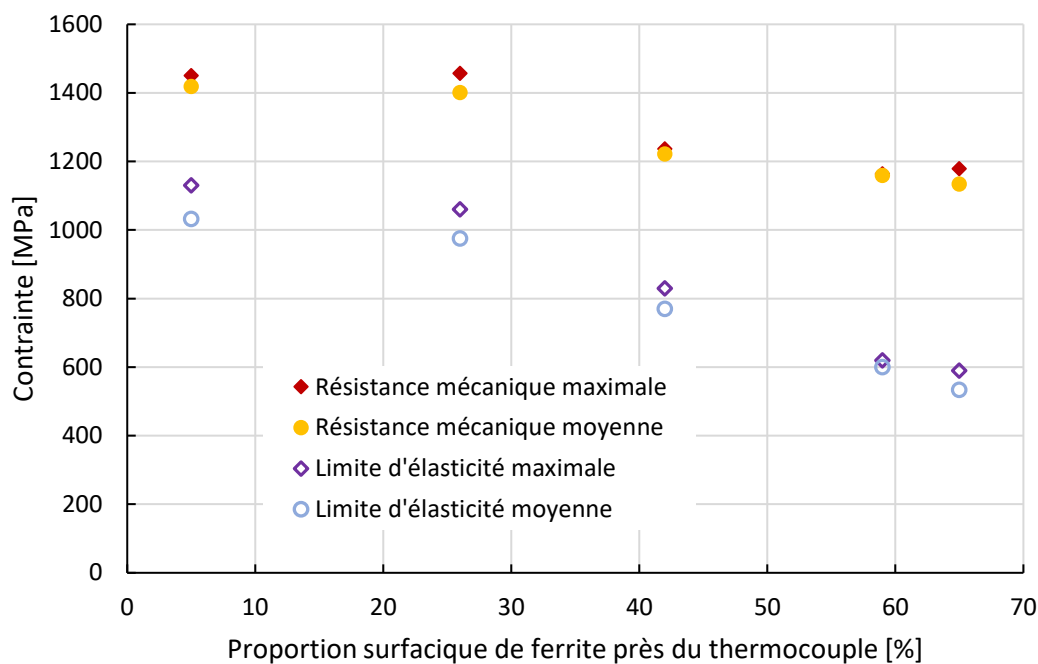


Figure 6-2 : Acier DP980 : évolution de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique moyenne et maximale en fonction de la proportion surfacique de ferrite mesurée près du thermocouple

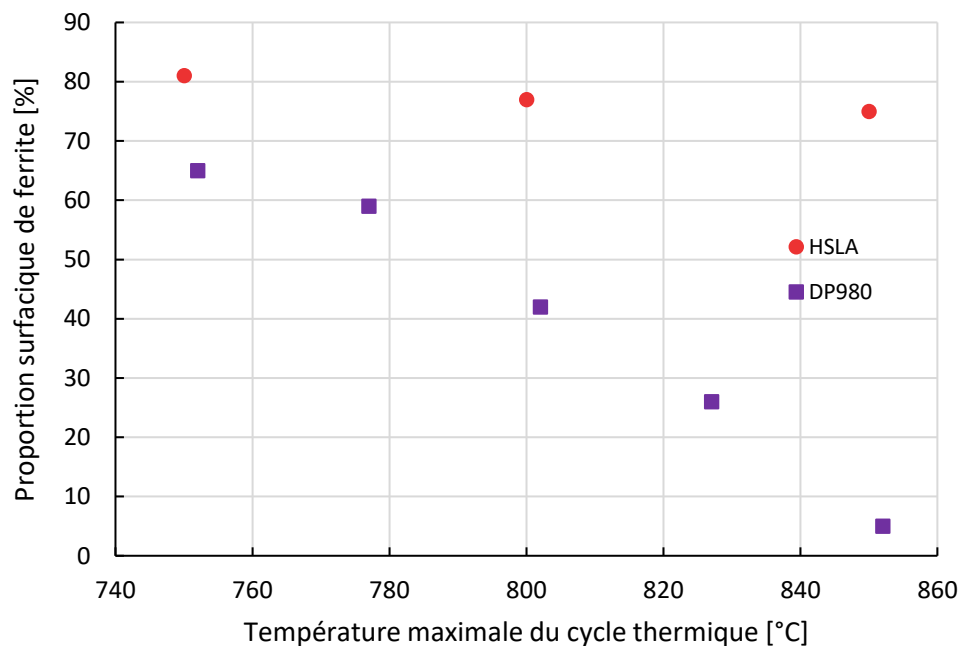


Figure 6-3 : Évolution de la proportion surfacique de ferrite par rapport à la température maximale du cycle thermique. En rond le HSLA et en carré, l'acier DP980

6.1.2 Modification de la conclusion de l'article

Ces résultats permettent de continuer la discussion sur la sensibilité de l'acier DP980 et du HSLA par rapport aux altérations de température. L'effet de la non-uniformité est ressenti donc plus fortement dans l'acier *dual phase* que dans le HSLA.

Pour l'acier DP980, la différence entre la valeur maximale et moyenne est plus élevée pour la limite d'élasticité que pour la résistance mécanique. La moyenne sous-estime la limite d'élasticité entre 20 MPa pour la température 777°C et 100 MPa pour la condition 852°C. Pour la résistance mécanique, la moyenne est presque similaire dans le cas du 777°C alors qu'elle sous-estime de près de 60 MPa pour la condition 827°C.

Considérant les propriétés maximales, la limite d'élasticité est supérieure au requis par la norme ASTM A1079 pour le traitement thermique -50°C, soit 590 MPa par rapport à 550 MPa. La conclusion de l'article est ainsi modifiée, la déviation de température acceptable est supérieure à 50°C. Cette conclusion doit être confirmée par d'autres tests mécaniques et observations réalisés sur des éprouvettes prélevées dans la zone de température homogène.

Pour le HSLA, la conclusion de l'article n'est pas modifiée, la limite d'élasticité moyenne est sous les requis de la norme ASTM A653. L'utilisation de la moyenne des tests mécaniques reste une bonne approximation grâce à la bonne stabilité des propriétés mécaniques face aux écarts de température rencontrés.

6.2 Représentativité du cyclage thermique des aciers dans un simulateur par rapport au cyclage thermique dans une ligne de galvanisation

Les résultats de la phase préliminaire pour les aciers galvanisés HSLA et DP980 ont été présentés à la section 5.2, il est donc possible de les comparer avec ceux obtenus au cours de la phase 2 pour valider leur représentativité.

6.2.1 Acier DP980

Dans la phase 2, le cycle thermique n'inclut pas de maintien en température à 460°C pour simuler le passage dans le bain de zinc. Or il a été vu dans la revue de littérature que le maintien pouvait avoir un effet sur la microstructure et les propriétés mécaniques.

En comparant les propriétés mécaniques entre l'acier DP980 reçu galvanisé et l'acier de la phase 2 ayant suivi le cycle nominal sans galvanisation (Tableau 6-1), la limite d'élasticité est presque semblable; cependant, il existe une différence pour la résistance mécanique : l'acier reçu galvanisé est significativement plus faible. L'allongement à la rupture ne peut pas être comparé, car l'éprouvette de la phase 2 ayant les propriétés mécaniques maximales a rompu hors des lames de l'extensomètre sans que la déformation ne soit suivie avec le DIC. En utilisant l'allongement maximal uniforme, il est possible d'obtenir une idée de la variation de l'allongement selon le cycle thermique. La déformation homogène des éprouvettes montre que l'éprouvette issue du MGS se déforme moins que celle provenant de la ligne en continu.

L'observation des microstructures (Figure 6-4) à un grossissement de 500x au microscope optique ne permet pas de mettre en évidence une organisation différente de la microstructure. Les bandes de martensite visibles sur l'acier reçu galvanisé existent aussi dans la microstructure de l'acier traité dans le simulateur même si elles ne sont pas visibles sur la microstructure montrée.

La caractérisation de la microstructure permet de montrer que la proportion de ferrite (Tableau 6-2) est plus élevée pour l'acier reçu galvanisé que dans l'acier ayant subi le cycle thermique nominal dans la phase 2. Cette différence peut s'expliquer par la décomposition de l'austénite en bainite durant l'immersion du coupon dans le bain de zinc. Effectivement, la température de l'acier est maintenue à 460°C et la température de début de transformation martensitique a été estimée avec le logiciel JMatPro à une température inférieure à 400°C. Cette hypothèse pourra être vérifiée avec les résultats de la phase 3 lorsque les coupons seront galvanisés.

Pour expliquer la différence de la taille des grains de ferrite, il faudrait faire comme hypothèse que le traitement thermique dure également plus longtemps.

Tableau 6-1 : Comparaison des propriétés mécaniques pour l'acier DP980 reçu galvanisé et cycle nominal de la phase 2

DP980	Limite d'élasticité [MPa]	Résistance mécanique [MPa]	Allongement [%]	Allongement uniforme maximal [%]
Phase préliminaire reçu galvanisé	800	1094	13	8,0
Phase 2 Cycle nominal maximum	830	1237	NA	6,2

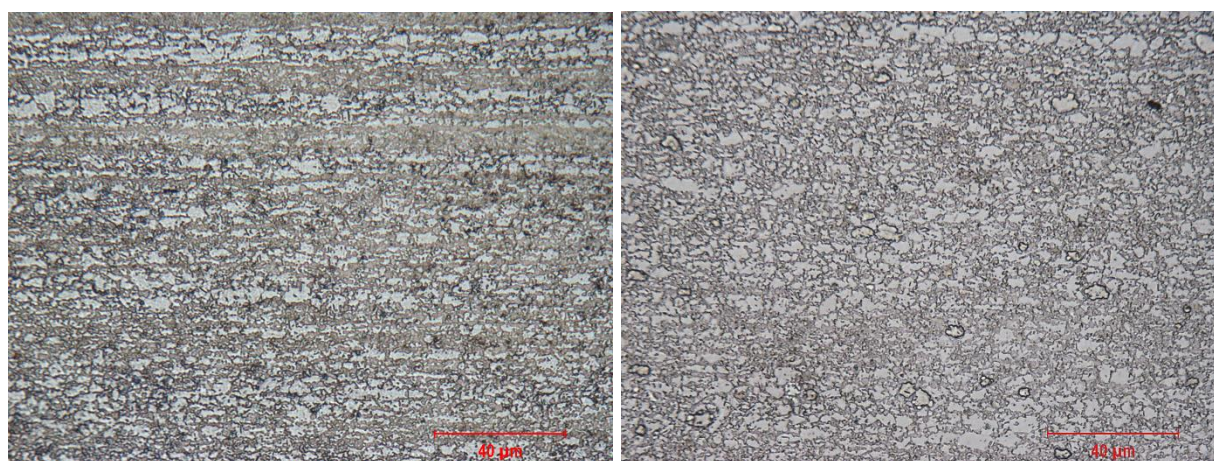


Figure 6-4 : Microstructure au microscope optique du DP980 attaqué avec une solution de LePera à 500x clair : Ferrite; sombre : Martensite, gauche : reçu galvanisé; droite : phase 2 cycle nominal

Tableau 6-2 : Proportion surfacique et taille des grains de ferrite pour DP980

DP980		Préliminaire – Tel que reçu	Phase 2 – Cycle nominal
Proportion surfacique de ferrite [%]		56	42
Longueur moyenne d'interception [µm]	Direction de laminage	3	1,7
	Direction transversale	3	1,4

La Figure 6-5 montre que les caractéristiques des éprouvettes traitées en ligne ne peuvent pas être intégrées à l'évolution propriété mécanique / proportion de ferrite des éprouvettes traitées dans le simulateur MGS. La résistance mécanique est plus faible et la limite d'élasticité est plus élevée.

La limite d'élasticité est similaire au traitement thermique nominal malgré une taille de grain de ferrite plus grossière et une fraction surfacique de ferrite plus élevée. D'autres paramètres sont à rechercher pour faire le lien entre microstructure et propriétés mécaniques comme la taille des grains de ferrite, la finesse de la martensite et la présence de carbure.

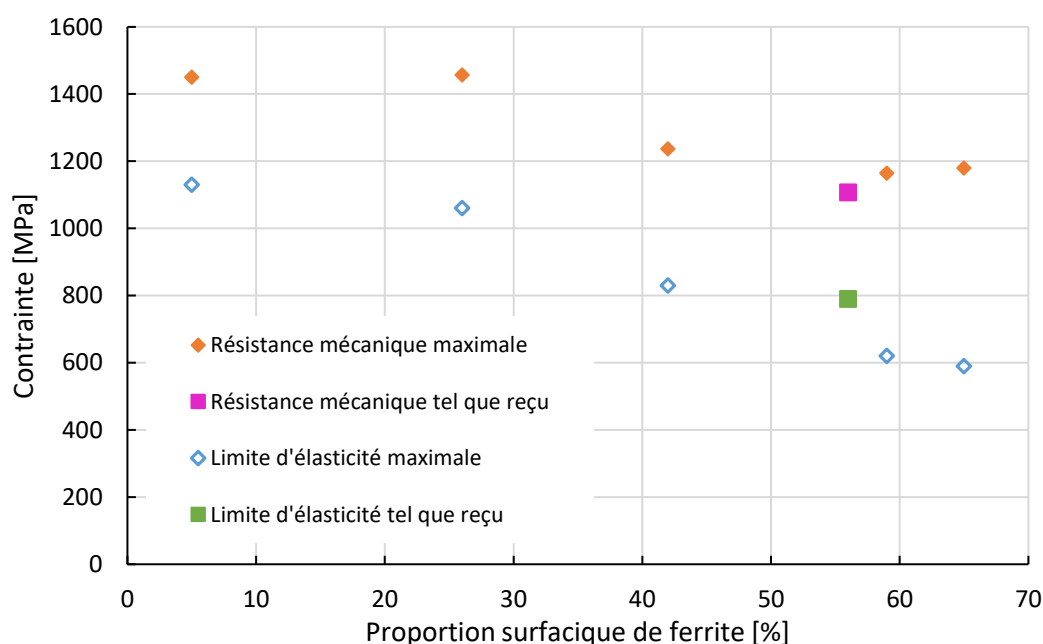


Figure 6-5 : Comparaison des propriétés moyennes et maximales en fonction de la proportion surfacique de ferrite mesurée près du thermocouple entre un acier DP980 galvanisé dans une ligne continue et traité dans le MGS

6.2.2 HSLA

En faisant le même travail de comparaison entre le HSLA reçu galvanisé et le HSLA traité thermiquement avec le cycle nominal dans le simulateur, l'absence d'immersion dans un bain de zinc engendre aussi un effet sur les propriétés mécaniques comme montré dans le Tableau 6-3. Les tendances des propriétés mécaniques sont les mêmes que pour l'acier DP980. La limite d'élasticité est plus élevée pour l'acier reçu galvanisé et la résistance est plus faible.

Tableau 6-3 : Comparaison des propriétés mécaniques pour l'acier HSLA reçu galvanisé et cycle nominal de la phase 2

HSLA	Limite d'élasticité [MPa]	Résistance mécanique [MPa]	Allongement [%]	Allongement uniforme maximal [%]
Phase préliminaire reçu galvanisé	453	651	25	15,8
Phase 2 Cycle nominal moyenne	363	697	28	16,8

L'observation des microstructures montre une différence entre les deux aciers avec des grains de ferrite plus grands dans le cas de l'acier traité au cours de la phase 2 (Figure 6-6). La caractérisation de la microstructure met en évidence une proportion surfacique de ferrite similaire dans les deux cas et confirme une taille des grains de ferrite significativement différente (Tableau 6-4). L'acier reçu galvanisé possède des grains équiaxes alors que celui issu du simulateur montre encore des signes importants de direction préférentielle issus du laminage. La modification de la forme des grains de ferrite ne peut pas s'expliquer avec le passage dans le bain de galvanisation. Dans la revue de littérature, il a été proposé que la forme des grains de ferrite évolue avec la restauration au cours du chauffage.

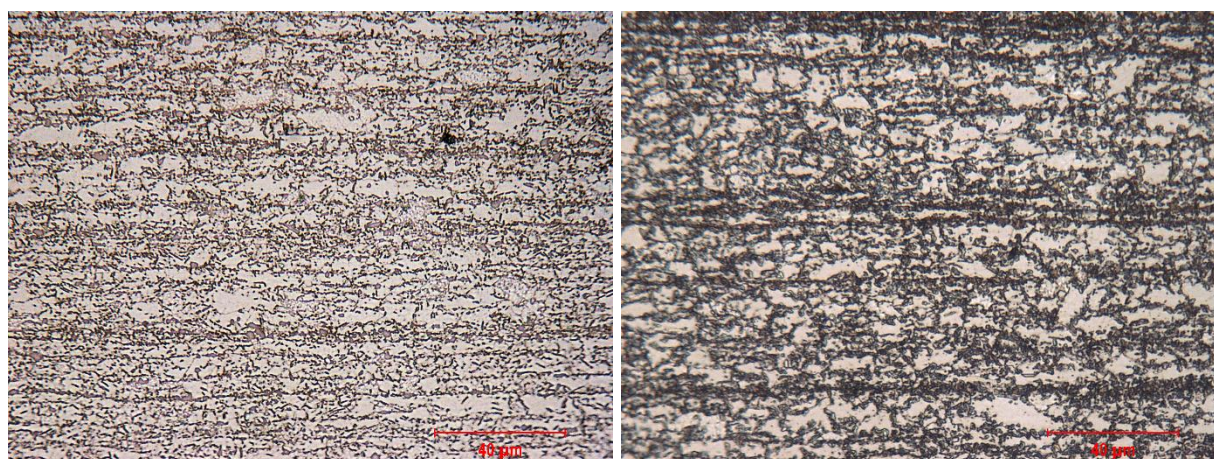


Figure 6-6 : Microstructure au microscope optique du HSLA attaqué avec une solution de Nital, gauche : reçu galvanisé; droite : phase 2 cycle nominal. En claire : la ferrite; en sombre : la martensite

Tableau 6-4 : Proportion surfacique et taille des grains de ferrite pour HSLA

HSLA		Préliminaire – Tel que reçu	Phase 2 – Cycle nominal
Proportion surfacique de ferrite [%]		78	77
Longueur moyenne d'interception [μm]	Direction de laminage	3,8	6,2
	Direction transversale	3,8	4,0

La Figure 6-7 permet de comparer les résultats des propriétés mécaniques en fonction de la proportion surfacique de ferrite. La figure illustre l'écart existant entre les résultats obtenus au cours de la phase 2 et les résultats obtenus pour la phase préliminaire. Il est également possible de remarquer la présence d'un autre paramètre en plus de la proportion surfacique de ferrite pour expliquer l'évolution des propriétés mécaniques.

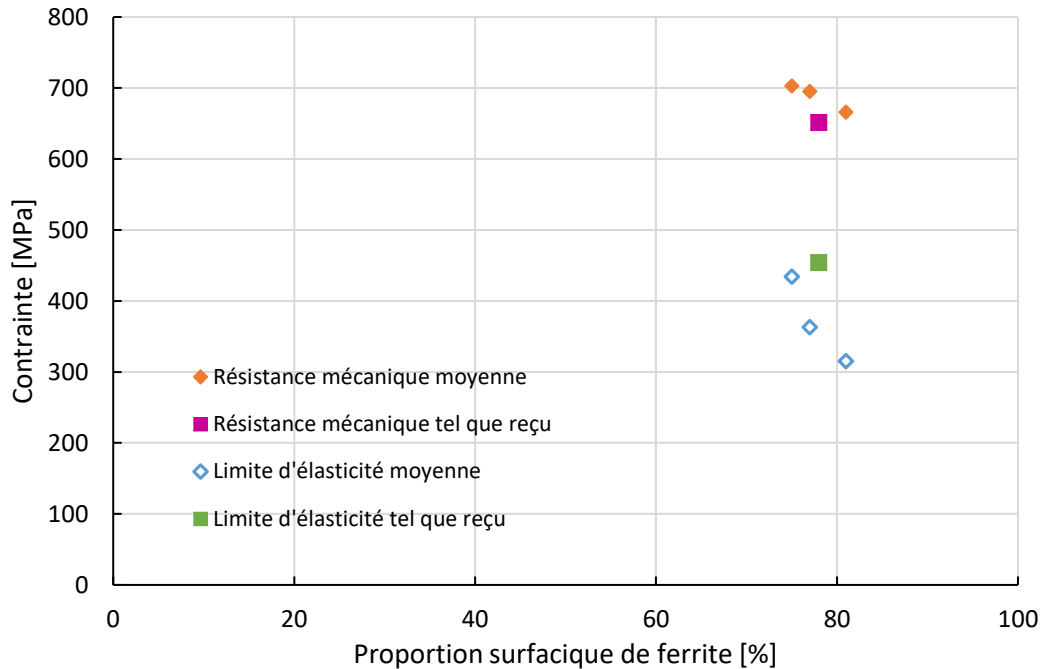


Figure 6-7 : Comparaison des propriétés moyennes et maximales en fonction de la proportion surfacique de ferrite mesurée près du thermocouple entre un HSLA galvanisé par le partenaire industriel et traité dans le MGS

6.3 Portée et limites de l'étude

Les résultats des propriétés mécaniques et les caractérisations microstructurales ont permis de mettre en évidence la sensibilité des aciers aux altérations du revenu intercritique au cours du cycle thermique. Les résultats ont été comparés au requis des normes ASTM et des écarts de températures acceptables en ont été déduits.

Cependant la portée de ces résultats est limitée pour des raisons expérimentales. La non-uniformité de la température du coupon a réduit le nombre d'éprouvettes à 1 pour déterminer les propriétés mécaniques de l'acier DP980 et l'utilisation d'un extensomètre à lame n'a pas permis d'obtenir l'allongement à la rupture pour toutes les conditions.

La portée des résultats est aussi limitée par un écart des propriétés mécaniques entre l'acier galvanisé dans une ligne en continu et l'acier traité dans le simulateur. Pour expliquer ces

différences, il est possible de cibler trois raisons, deux directement liées à la température, et la dernière à la différence entre laboratoire et ligne industrielle :

- le contrôle de la température dans la ligne de galvanisation par pyrométrie n'a pas été fiable : c'est le point qui est soulevé par la problématique du projet, l'acier provenant de la ligne de galvanisation en continu peut avoir eu un cycle altéré par rapport à celui prévu;
- le bain de galvanisation engendre des effets plus importants et différents qu'escomptés sur la microstructure : le cycle effectué dans le simulateur et dont les résultats sont présentés ici n'a pas exactement suivi un cycle complet;
- l'effet d'échelle entre un laboratoire et une ligne de galvanisation est important : les méthodes de régulation de la température (contrôle ponctuel de la température, moyen de chauffage et de refroidissement, inertie de la température de la tôle), la différence entre un procédé continu et par lot.

Enfin, la comparaison des deux aciers avec deux profils de traitement thermique particulièrement différents peut se discuter. Dans le cas du DP980, le cycle thermique se déroule en moins de 200 secondes sans maintien de la température dans le domaine intercritique, quand celui du HSLA prend plus de 400 secondes et possède un maintien. La microstructure finale est obtenue grâce un équilibre cinétique de transformation de phase qui est d'autant plus sensible que le processus est loin de l'équilibre et donc sensible à la manière dont la température change. L'hypothèse formulée au départ voulant que la modification de la vitesse de chauffage et de refroidissement n'ait pas d'impact semble ne pas être valide. Garcia-Martino (Garcia-Martino, Barron, Fernandez, Santiago, & Prieto, 2017) suggère pour un traitement thermique sans maintien en température dans le domaine intercritique que l'approche considérant uniquement une déviation en température n'est pas suffisante. Une approche à deux facteurs, vitesse de défilement de la tôle (ou durée du cycle) - température, est recommandée pour définir un domaine dans lequel les propriétés mécaniques sont acceptables.

CHAPITRE 7 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

Ce mémoire compare les caractéristiques mécaniques d'un acier DP980 à celles d'un acier HSLA lorsqu'ils ont subi des traitements thermiques altérés identiques. Les résultats de référence ont été présentés en novembre à la conférence Galvatech 2017. Ils sont complétés avec des résultats obtenus en début de projet concernant l'oxydation superficielle et les propriétés mécaniques des aciers reçus galvanisés. Les conclusions de l'article sont amendées par les résultats d'études complémentaires réalisées après la publication à cause de l'impact de l'hétérogénéité de la température au cours du traitement thermique sur l'homogénéité des microstructures et des caractéristiques mécaniques.

7.1 Conclusions principales

À partir des résultats présentés et les discussions qui en découlent, il est possible de tirer les conclusions suivantes :

1. **Une couche d'oxyde superficielle épaisse entre 50 nm et 100 nm et composée d'oxydes de manganèse et de silicium se développe au cours d'un cycle thermique nominal à un point de rosée de -30°C sur l'acier DP980.**
2. **La sensibilité aux déviations de la température de la microstructure et des propriétés mécaniques de l'acier DP980 est effectivement plus grande que celle du HSLA.** Pour l'acier DP980, une déviation de température a un impact plus important sur la proportion de ferrite ce qui se traduit par une variation plus élevée des propriétés mécaniques. Pour une plage de température similaire (750°C à 850°C), la limite d'élasticité et la résistance mécanique de l'acier DP980 varient respectivement de près de 540 MPa et 260 MPa et pour le HSLA de 120 MPa et 35 MPa.
3. **Pour les deux aciers, la limite d'élasticité est plus sensible aux variations de température que la résistance mécanique. La limite d'élasticité devient la propriété critique.** Malgré une variation de la température d'austénitisation de $\pm 50^\circ\text{C}$, toutes les propriétés mécaniques de l'acier DP980 non galvanisé restent au-dessus du minimum

requis par la norme ASTM A1079. La limite d'élasticité du HSLA non galvanisé n'atteint pas le minimum requis par la norme ASTM A653 dans le cas d'une déviation de -50°C .

4. **La plage admissible de l'émissivité spectrale du DP980 pour contrôler la température à $\pm 50^{\circ}\text{C}$ près a été déterminée : pour une longueur d'onde de $0,8\text{ }\mu\text{m}$ et de $1,2\text{ }\mu\text{m}$, la précision est respectivement de $0,53\pm 0,41$ et de $0,45\pm 0,23$.**

Même si l'acier DP980 a dépassé le minimum requis par la norme ASTM A1079 pour toutes les déviations de température, il apparaît que le contrôle de la température est crucial afin de maintenir une homogénéité des propriétés mécaniques.

L'étude de l'émissivité de l'acier DP980 a montré une relative stabilité de ce paramètre au cours du traitement thermique. Les variations constatées ne permettent pas d'expliquer des écarts de températures qui mèneraient à des propriétés mécaniques ne respectant pas la norme ASTM A1079.

7.2 Pistes de recherche

Les améliorations suggérées dans cette section concernent principalement les éléments du projet sur lequel l'auteur a été le plus impliqué. Certaines des limites rencontrées seront résolues avec la réalisation de la phase 3 et notamment l'ajout de l'étape de galvanisation au cycle thermique. L'effet du passage de la tôle dans le bain de galvanisation sur la microstructure et les propriétés mécaniques n'a pas été suffisamment anticipé lors de la planification du projet dans la phase 2.

L'amélioration à mener en priorité est la maîtrise de l'homogénéité de la température du coupon. L'hétérogénéité actuelle introduit une incertitude quant aux cycles thermiques suivis par le coupon. Elle réduit la surface disponible pour prélever les éprouvettes. Le gradient de température latéral est la cause la plus vraisemblable de la localisation décentrée du site de rupture des éprouvettes de traction. Il est nécessaire de travailler sur deux axes : confirmer directement par une instrumentation par thermocouples les estimations de température obtenues par l'intermédiaire de la dureté et réduire l'hétérogénéité en réchauffant les gaz avant leur introduction dans le four. Ces

améliorations concernent le MGS, mais également introduite en tant qu'étude préliminaire à l'utilisation de nouveaux équipements de traitement thermique ou enceinte d'essai.

Lors des rencontres avec les partenaires industriels, il est apparu que les requis de la norme ASTM A1079 ne sont pas utilisés, car trop laxistes. Des normes internes à chaque entreprise sont utilisées. Ces normes ne sont pas diffusées en externe, et resteront sujettes à des restrictions de diffusion. A défaut de pouvoir disposer des normes internes intégrales, il est vraisemblablement utile de demander aux industriels leurs requis internes. En attendant, l'utilisation de la norme SAE J2745 serait déjà une bonification.

Afin de valider la reproduction par le simulateur du traitement thermique tel qu'il est réalisé dans une ligne de galvanisation en continu, la mesure du profil temporel de température par les pyromètres de la ligne de galvanisation serait utile.

Le logiciel JMatPro dans sa version 9 ne permet pas d'intégrer l'étape du chauffage et considère seulement la proportion des phases à l'équilibre intercritique et la taille des grains. En intégrant les paramètres microstructuraux réels, il serait intéressant de vérifier les résultats proposés par le logiciel. D'après la littérature, la proportion des phases, la taille des grains et la concentration en carbone dans les différentes phases seraient les principaux paramètres supplémentaires à caractériser.

Plusieurs auteurs (Colla, DeSanctis, Dimatteo, Lovicu, & Valentini, 2011; Kulakov, Poole, & Militzer, 2014) ont adapté et développé des modèles de prédiction microstructurale et mécanique spécifiquement pour les aciers *dual phase* dans le cas d'une ligne de galvanisation en continue qui donnent des résultats prometteurs.

BIBLIOGRAPHIE

- Asadi, M. (2010). *Influence of the hot rolling process on the mechanical behavior of dual phase steels*. (Thèse de doctorat, Technischen Universität Clausthal, Clausthal, Allemagne).
- Asgari, S. A., Hodgson, P. D., Yang, C., & Rolfe, B. F. (2009). Modeling of advanced high strength steels with the realistic microstructure–strength relationships. *Computational Materials Science*, 45(4), 860-866. doi:10.1016/j.commatsci.2008.12.003
- ASTM. (2013). *E112-13 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*. ASTM International. doi:10.1520/E0112
- ASTM. (2016). *E8-16 Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*. ASTM International. doi:10.1520/E0008_E0008M-16A
- ASTM. (2017a). *A370-17 Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products*. ASTM International. doi:10.1520/A0370-17A
- ASTM. (2017b). *A653-17 Standard Specification for Steel Sheet, Zinc-Coated (Galvanized) or Zinc-Iron Alloy-Coated (Galvannealed) by the Hot-Dip Process*. ASTM International. doi:10.1520/A0653_A0653M-17
- ASTM. (2017c). *A1079-17 Standard Specification for Steel Sheet, Complex Phase (CP), Dual Phase (DP) and Transformation Induced Plasticity (TRIP), Zinc-Coated (Galvanized) or Zinc-Iron Alloy-Coated (Galvannealed) by the Hot-Dip Process*. ASTM International. doi:10.1520/A1079-17
- ASTM. (2017d). *E18-2017 Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials*. ASTM International. doi:10.1520/E0018-17E01
- Bellhouse, E. M., Mertens, A. I. M., & McDermid, J. R. (2007). Development of the surface structure of TRIP steels prior to hot-dip galvanizing. *Materials Science and Engineering: A*, 463(1-2), 147-156. doi:10.1016/j.msea.2006.09.117
- Billur, E., & Altan, T. (2013). Three generations of advanced high-strength steels for automotive applications, Part I. *Stamping Journal*(November/December), 16-17.
- Bleck, W., & Phiu-on, K. (2008). *Effects of microalloying in multi phase steels for car body manufacture*. Communication présentée à Microstructure and texture in steels and other materials, Jamshedpur, India (p. 145-163). doi:10.1007/978-1-84882-454-6
- Buscarlet, E. (1996). Galvanisation et aluminage en continu. *Techniques de l'Ingénieur*, M1536. Tiré de <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/archives-th12/archives-corrosion-vieillissement-tiaco/archive-1/galvanisation-et-aluminiage-en-continu-m1536/>
- Calcagnotto, M., Adachi, Y., Ponge, D., & Raabe, D. (2011). Deformation and fracture mechanisms in fine- and ultrafine-grained ferrite/martensite dual-phase steels and the effect of aging. *Acta Materialia*, 59(2), 658-670. doi:10.1016/j.actamat.2010.10.002
- Calcagnotto, M., Ponge, D., & Raabe, D. (2010). Effect of grain refinement to 1µm on strength and toughness of dual-phase steels. *Materials Science and Engineering: A*, 527(29-30), 7832-7840. doi:10.1016/j.msea.2010.08.062
- Calcagnotto, M., Ponge, D., & Raabe, D. (2011). On the effect of manganese on grain size stability and hardenability in ultrafine-grained ferrite/martensite dual-phase steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 43(1), 37-46. doi:10.1007/s11661-011-0828-3
- Chang, P.-H., & Preban, A. G. (1985). The effect of ferrite grain size and martensite volume fraction on the tensile properties of dual phase steel. *Acta Metallurgica*, 33(5), 897-903. doi:10.1016/0001-6160(85)90114-2

- Cho, K., Redkin, K. V., Hua, M., Garcia, C. I., & DeArdo, A. J. (2011). Recent development of Nb-containing DP590, DP780 and DP980 steels for production on continuous galvanizing lines. Dans Springer (édit.), *Advanced Steel, The recent scenario in steel science and technology* (p. 177-185): Metallurgical Industry Press.
- Cho, L., Jung, G. S., & de Cooman, B. C. (2014). On the transition of internal to external selective oxidation on CMnSi TRIP Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 45A, 5158-5172. doi:10.1007/s11661-014-2442-7
- Colla, V., DeSanctis, M., Dimatteo, A., Lovicu, G., & Valentini, R. (2011). Prediction of continuous cooling transformation diagrams for dual-phase steels from the intercritical region. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42(9), 2781-2793. doi:10.1007/s11661-011-0702-3
- Cvijović, I., Parezanović, I., & Spiegel, M. (2006). Influence of H₂-N₂ atmosphere composition and annealing duration on the selective surface oxidation of low-carbon steels. *Corrosion Science*, 48(4), 980-993. doi:10.1016/j.corsci.2005.02.022
- de la Concepción, V. L., Lorusso, H. N., & Svoboda, H. G. (2015). Effect of carbon content on microstructure and mechanical properties of dual phase steels. *Procedia Materials Science*, 8, 1047-1056. doi:10.1016/j.mspro.2015.04.167
- Donfack Djiazet, P. B. (2016). *Rapport de stage*. Génie Mécanique. Polytechnique Montréal.
- Erdogan, M. (2002). The effect of new ferrite content on the tensile fracture behaviour of dual phase steels. *Journal of Materials Science*, 37(17), 3623-3630.
- Fernández, J., Illescas, S., & Guilemany, J. M. (2007). Effect of microalloying elements on the austenitic grain growth in a low carbon HSLA steel. *Materials Letters*, 61(11-12), 2389-2392. doi:10.1016/j.matlet.2006.09.021
- Garcia-Martino, A., Barron, V., Fernandez, S., Santiago, J., & Prieto, M. M. (2017). *Annealing HSLA steels without soaking phase*. Communication présentée à Galvatech 2017, Tokyo, Japon.
- Ghaheri, A., Shafyei, A., & Honarmand, M. (2014). Effects of inter-critical temperatures on martensite morphology, volume fraction and mechanical properties of dual-phase steels obtained from direct and continuous annealing cycles. *Materials & Design (1980-2015)*, 62, 305-319. doi:10.1016/j.matdes.2014.04.073
- Girina, O. A., Fonstein, N. M., & Bhattacharya, D. (2003). *Effect of annealing parameters on austenite decomposition in a continuously annealed dual-phase Steel*. Communication présentée à Mechanical Working and Steel Processing, Chicago, Illinois, États-Unis. Tiré de https://www.researchgate.net/profile/Olga_Girina2/publication/307922822_Effect_of_Annealing_Parameters_on_Austenite_Decomposition_in_a_Continuously_Annealed_Dual-Phase_Steel_OA_Girina_NMFonstein_D_Bhattacharya/links/5942d4feaca2722db499cb3d/Effect-of-Annealing-Parameters-on-Austenite-Decomposition-in-a-Continuously-Annealed-Dual-Phase-Steel-OA-Girina-NMFonstein-D-Bhattacharya.pdf
- Hu, H. (2005). Recovery, recrystallization, and grain-growth structures. Dans ASM (édit.), *14A - Metalworking: Bulk Forming* (vol. 14A, p. 552-562).
- Huang, J., Poole, W. J., & Miltzer, M. (2004). Austenite formation during intercritical annealing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 35(11), 3363-3375. doi:10.1007/s11661-004-0173-x
- ISO. (1997). 4287:1997 *Specification géométrique des produits (GPS) - État de surface: Méthode du profil - Termes, définitions et paramètres d'état de surface*. International Standard Organization.

- Jiang, Z., Guan, Z., & Lian, J. (1995). Effects of microstructural variables on the deformation behaviour of dual-phase steel. *Materials Science and Engineering: A*, 190(1-2), 55-64. doi:10.1016/0921-5093(94)09594-m
- Keeler, S., Kimchi, M., & Mooney, P. J. (2017). *Advanced high-strength steels application guidelines* WorldAutoSteel (édit.). Tiré de <http://www.worldautosteel.org/projects/advanced-high-strength-steel-application-guidelines/>
- Korzekwa, D. A., Lawson, R. D., Matlock, D. K., & Krauss, G. (1980). A consideration of models describing the strength and ductility of dual-phase steels. *Scripta Metallurgica*, 14(9), 1023-1028. doi:10.1016/0036-9748(80)90379-8
- Krauss, G., & Thompson, S. W. (1995). Ferritic microstructures in continuously cooled low- and ultralow-carbon steels. *ISIJ International*, 35(8), 937-945. doi:10.2355/isijinternational.35.937
- Kulakov, M., Poole, W. J., & Militzer, M. (2014). A microstructure evolution model for intercritical annealing of a low-carbon dual-phase steel. *ISIJ International*, 54(11), 2627-2636. doi:10.2355/isijinternational.54.2627
- Kuziak, R., Kawalla, R., & Waengler, S. (2008). Advanced high strength steels for automotive industry. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 8(2), 103-117. doi:10.1016/s1644-9665(12)60197-6
- LePera, F. S. (1979). Improved etching technique for the determination of percent martensite in high-strength dual-phase steels. *Metallography*, 12(3), 263-268. doi:10.1016/0026-0800(79)90041-7
- Li, P., Li, J., Meng, Q., Hu, W., & Xu, D. (2013). Effect of heating rate on ferrite recrystallization and austenite formation of cold-roll dual phase steel. *Journal of Alloys and Compounds*, 578, 320-327. doi:10.1016/j.jallcom.2013.05.226
- Liu, H., Li, F., Shi, W., Swaminathan, S., He, Y., Rohwerder, M., & Li, L. (2012). Challenges in hot-dip galvanizing of high strength dual phase steel: Surface selective oxidation and mechanical property degradation. *Surface and Coatings Technology*, 206(16), 3428-3436. doi:10.1016/j.surfcoat.2012.02.001
- Lottey, K. K. (2004). *Austenite decomposition of a HSLA-Nb/Ti steel and an Al-TRIP steel during continuous cooling*. (Mémoire de maîtrise, University of British Columbia, Canada).
- Mazaheri, Y., Kermanpur, A., & Najafizadeh, A. (2015). Microstructures, mechanical properties, and strain hardening behavior of an ultrahigh strength dual phase steel developed by intercritical annealing of cold-rolled ferrite/martensite. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 46(7), 3052-3062. doi:10.1007/s11661-015-2918-0
- Mittemeijer, E. J. (2011). Recovery, Recrystallization and Grain Growth. Dans *Fundamentals of Materials Science: The Microstructure-Property Relationship Using Metals as Model Systems* (p. 463-496). Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg.
- Mohanty, R. R., Girina, O. A., & Fonstein, N. M. (2011). Effect of heating rate on the austenite formation in low-carbon high-strength steels annealed in the intercritical region. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42(12), 3680-3690. doi:10.1007/s11661-011-0753-5
- Pan, E., Di, H., Jiang, G., & Bao, C. (2014). Effect of heat treatment on microstructures and mechanical properties of hot-dip galvanized DP steels. *Acta Metallurgica Sinica*, 27(3), 469-475. doi:10.1007/s40195-014-0066-y
- Peranio, N., Li, Y. J., Roters, F., & Raabe, D. (2010). Microstructure and texture evolution in dual-phase steels: Competition between recovery, recrystallization, and phase transformation.

- Materials Science and Engineering: A*, 527(16-17), 4161-4168. doi:10.1016/j.msea.2010.03.028
- Petkov, P. (2004). *Austenite decomposition of low carbon high strengths during continuous cooling*. (Mémoire de maîtrise, University of British Columbia, Canada).
- Pierman, A. P., Bouaziz, O., Pardoën, T., Jacques, P. J., & Brassart, L. (2014). The influence of microstructure and composition on the plastic behaviour of dual-phase steels. *Acta Materialia*, 73, 298-311. doi:10.1016/j.actamat.2014.04.015
- Radwański, K., Wrożyna, A., & Kuziak, R. (2015). Role of the advanced microstructures characterization in modeling of mechanical properties of AHSS steels. *Materials Science and Engineering: A*, 639, 567-574. doi:10.1016/j.msea.2015.05.071
- Rocha, R. O., Melo, T. M. F., Pereloma, E. V., & Santos, D. B. (2005). Microstructural evolution at the initial stages of continuous annealing of cold rolled dual-phase steel. *Materials Science and Engineering: A*, 391(1-2), 296-304. doi:10.1016/j.msea.2004.08.081
- Sakaki, T., Sugimoto, K., & Fukuzato, T. (1983). Role of internal stress for continuous yielding of dual-phase steels. *Acta Metallurgica*, 31(10), 1737-1746. doi:10.1016/0001-6160(83)90172-4
- Sanz García, A., Fernandez-Ceniceros, J., Antonanzas, F., & Ascacibar, F. J. (2014). *Parsimonious support vector machines modelling for set points in industrial processes based on genetic algorithm optimization*. Communication présentée à International Joint Conferences SOCO'13-CISIS'13-ICEUTE'13, Salamanca, Espagne.
- Sohn, I.-R., Kim, J.-S., & Sridhar, S. (2015). Effect of dew point and gas flow rate on the surface oxidation of advanced high strength steels. *ISIJ International*, 55(9), 2008-2017. doi:10.2355/isijinternational.ISIJINT-2015-158
- Sommeville, Q., Mosser, P., Daun, K., & Brochu, M. (2017). *Effect of oxidation on emissivity for DP780 and DP980 steels*. Communication présentée à Galvatech 2017, Tokyo, Japon.
- Speich, G. R., Demarest, V. A., & Miller, R. L. (1981). Formation of austenite during intercritical annealing of dual-phase steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 12(8), 1419-1428. doi:10.1007/bf02643686
- Suzuki, S., & Kakita, K. (2005). A comparative study of gdoes, sims and xps depth profiling of thin layers on metallic materials. *Journal of Surface Analysis*, 12(2).
- Suzuki, Y., Yamashita, T., Sugimoto, Y., Fujita, S., & Yamaguchi, S. (2009). Thermodynamic analysis of selective oxidation behavior of Si and Mn-added steel during recrystallization annealing. *ISIJ International*, 49(4), 564-573. doi:10.2355/isijinternational.49.564
- Tasan, C. C., Diehl, M., Yan, D., Bechtold, M., Roters, F., Schemmann, L., Zheng, C., Peranio, N., Ponge, D., Koyama, M., Tsuzaki, K., & Raabe, D. (2015). An overview of dual-phase steels: advances in microstructure-oriented processing and micromechanically guided design. *Annual Review of Materials Research*, 45(1), 391-431. doi:10.1146/annurev-matsci-070214-021103
- Thiessen, R. G., Bocharova, E., Mattissen, D., & Sebald, R. (2010). Temperature measurement deviation during annealing of multiphase steels. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 41(4), 857-863. doi:10.1007/s11663-010-9380-6
- Thompson, S. W., Colvin, D. J., & Krauss, G. (1996). Austenite decomposition during continuous cooling of an HSLA-80 plate steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 27(6), 1557-1571. doi:10.1007/bf02649815
- Yang, D. Z., Brown, E. L., Matlock, D. K., & Krauss, G. (1985). Ferrite recrystallization and austenite formation in cold-rolled intercritically annealed steel. *Metallurgical Transactions A*, 16(8), 1385-1392. doi:10.1007/bf02658671

- Yurioka, N. (2013). Comparison of preheat predictive methods. *Welding in the world*, 48(1-2), 21-27. doi:10.1007/BF03266410
- Zhang, J., Di, H., Deng, Y., & Misra, R. D. K. (2015). Effect of martensite morphology and volume fraction on strain hardening and fracture behavior of martensite–ferrite dual phase steel. *Materials Science and Engineering: A*, 627, 230-240. doi:10.1016/j.msea.2015.01.006