

# Influence de la Fissuration des Couches Intermétalliques sur la Résistance à la Fatigue d'un Acier TRIP après Galvanisation au Trempé à Chaud

S. Aden-Ali

LABPS – ENIM, Université de Metz, F-57045 Metz Cedex 01, France;

Chamat

LABPS – ENIM, Université de Metz, F-57045 Metz Cedex 01, France;

J. Gilgert

LABPS – ENIM, Université de Metz, F-57045 Metz Cedex 01, France;

E. Petit

LETAM, Université de Metz, F-57045 Metz Cedex 01, France;

S. Dominiak

LPMM, Université de Metz, F-57045 Metz Cedex 01, France

Z. Azari

LABPS – ENIM, Université de Metz, F-57045 Metz Cedex 01, France;

## Résumé

Un acier à haute résistance mécanique de type TRIP 800 laminé à chaud, à haute teneur en silicium, est galvanisé par trempage à chaud, à 440°C. Une étude des propriétés mécaniques et du comportement en fatigue sur des éprouvettes normalisées revêtues et non revêtues montre que la galvanisation a un effet non négligeable. Les fissures présentes dans le revêtement et dues à la relaxation des contraintes lors du refroidissement à la sortie du bain de zinc liquide, sont stoppées à l'interface zinc-acier au cours de la sollicitation cyclique. D'autres mécanismes sont à l'origine de la dégradation des propriétés en fatigue.

**Mots-clés :** Acier à effet TRIP, Galvanisation, Fatigue, Fissuration.

## Abstract

Influence of cracking of intermetallic layers on fatigue resistance of a TRIP steel after hot-dip galvanization. A high-strength steel, hot-rolled silicon-rich TRIP800 type, was hot-dip galvanized at 440°C. A study of mechanical properties and fatigue behaviour on coated and non-coated standard specimen shows a not insignificant effect of hot-dip galvanization. Cracks in the coating due to stress relaxation during cooling after emersion from the molten zinc bath, are stopped at zinc-steel interface under cycling loading. Other mechanisms may be responsible for fatigue properties degradation.

**Keywords :** TRIP Steel, Hot-dip Galvanization, Fatigue, Cracking.

## 1. INTRODUCTION

L'allègement des véhicules de transport est un thème de recherche et développement privilégié des constructeurs automobiles qui doivent répondre à des exigences à la fois économiques et écologiques,

de la fabrication (prix élevé des métaux) aux clients (coût de carburant, pollution). Ainsi, des aciers à haute résistance mécanique, les AHSS (Advanced High-Strength Steels), sont développés. L'acier TRIP (Transformation Induced Plasticity) en fait partie. Il est obtenu à la suite d'un cycle thermomécanique complexe, résultant en une microstructure multiphasée à air ambiant : ferrite, austénite résiduelle, bainite, martensite. La transformation de l'austénite résiduelle en martensite sous une sollicitation mécanique ou thermique, permet d'obtenir des propriétés intéressantes à la fois en résistance mécanique et en déformabilité : c'est l'effet TRIP. Grâce à sa bonne déformabilité, une réduction de l'épaisseur de la tôle est possible. Néanmoins, ces aciers sont, comme beaucoup d'autres, vulnérables à la corrosion qui entraîne une chute de la durée de vie par dégradation des propriétés mécaniques. Pour y remédier, des procédés de protection par le zinc peuvent être employés. Ils permettent d'obtenir différentes qualités et épaisseurs de revêtement. Les plus communs sont la galvanisation au trempé à chaud (revêtement  $>40\mu\text{m}$ ), la galvanisation en continu des tôles ( $\sim 20\mu\text{m}$ ), la shéradisation ( $15-45\mu\text{m}$ ), la métallisation ( $25-250\mu\text{m}$ ), le zingage électrolytique ( $5-25\mu\text{m}$ ) et la matoplastie ( $6-107\mu\text{m}$ ). Le galvaniseur garantit la durée de vie de la galvanisation en fonction de l'épaisseur du revêtement pour un certain environnement de corrosion. Le procédé le plus intéressant pour le rapport qualité-prix, dans le cadre du traitement des pièces automobiles, est la galvanisation au trempé à chaud, après fabrication de la pièce. La galvanisation au trempé à chaud s'effectue en deux grandes étapes. Premièrement, la surface de la pièce est préparée par des passages successifs dans des bains de traitement (dégraissage, rinçage, décapage, rinçage, fluxage, séchage). Deuxièmement, la pièce est plongée, pendant quelques minutes, dans un bain de zinc liquide à une température d'environ  $450^\circ\text{C}$ . Le revêtement de zinc ainsi obtenu comporte plusieurs phases et est métallurgiquement lié au substrat d'acier. Ces phases se présentent sous forme de couches intermétalliques, formées lors de la double diffusion entre le zinc et l'acier (Fig. 1).

La couche extérieure de zinc pur, entraînée lors de l'émersion hors du bain de zinc est appelée  $\eta$ . Entre  $\eta$  et le substrat d'acier, on compte trois couches intermétalliques. Chacune d'entre elles a des propriétés différentes en terme de composition, morphologie, propriétés mécaniques et chimiques [1 - 2]:

- La couche zêta,  $\zeta$ , est la plus riche en zinc après  $\eta$ : 92.9 - 94.1 at. %. Cette couche, épaisse par rapport à l'épaisseur totale du revêtement, a une structure à grains mal définie.
- La couche delta,  $\delta$ , a une composition en zinc de 86.8 à 91.9 at. %. Cette couche présente des grains basaltiques, dont la croissance colonnaire des grains est perpendiculaire à la surface du substrat. Deux morphologies existent :  $\delta_p$  à morphologie en palissade du côté le plus riche en zinc, et  $\delta_k$  à morphologie compacte du côté riche en fer.
- La phase gamma,  $\Gamma$ , avec une teneur en zinc de 69 - 82 at. %, est la couche la plus fine et est située à l'interface zinc-acier. Cette phase n'est pas toujours présente.

Le Tableau 1 donne les valeurs de modules de Young, de microduretés et de coefficients de dilatation des différentes phases intermétalliques du revêtement. La différence importante, variant du simple au double entre les coefficients de dilatation du fer et du zinc, donne lieu à la formation de fissures de relaxation des contraintes thermiques dans la couche  $\delta$ , générées lors du refroidissement après galvanisation [4].

Les principaux composants d'automobiles sont soumis à des sollicitations mécaniques de fatigue et à de grand nombre de cycles auxquelles ils doivent résister, par exemple au niveau de la suspension (pivots, bras de suspension, berceau ...). Différents travaux ont été menés sur la tenue à la fatigue des aciers galvanisés [4, 5, 6, 7, 8, 9]. Il s'avère que la galvanisation au trempé à chaud peut réduire de façon plus ou moins importante la durée de vie de l'acier. Nieth et Wiegand [6] notent une influence

négligeable de la galvanisation au trempé à chaud pour un acier à haute résistance mécanique (600MPa), alors que Nillson et al. [7] obtiennent une réduction de 35% de la limite de fatigue pour un autre acier (690MPa). L'objectif de notre étude est de déterminer l'influence de la galvanisation au trempé à chaud sur la résistance à la fatigue de l'acier TRIP800 laminé à chaud et d'analyser l'influence du revêtement.

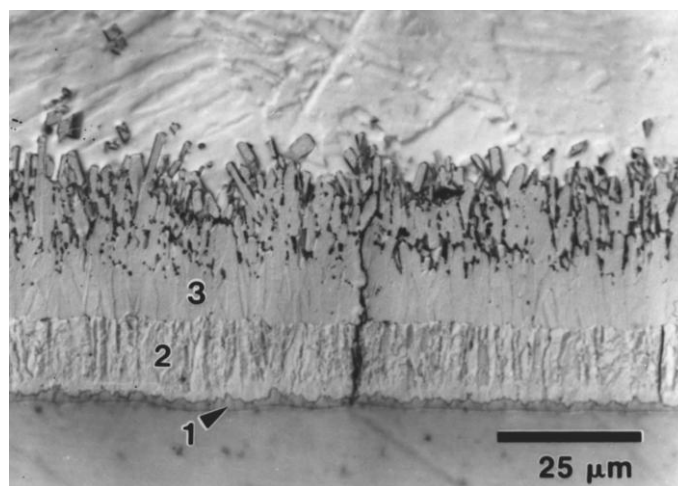


Figure 1 : Couches intermétalliques (1 :  $\Gamma$  layer, 2 :  $\delta$  layer, 3 :  $\zeta$  layer), [1]

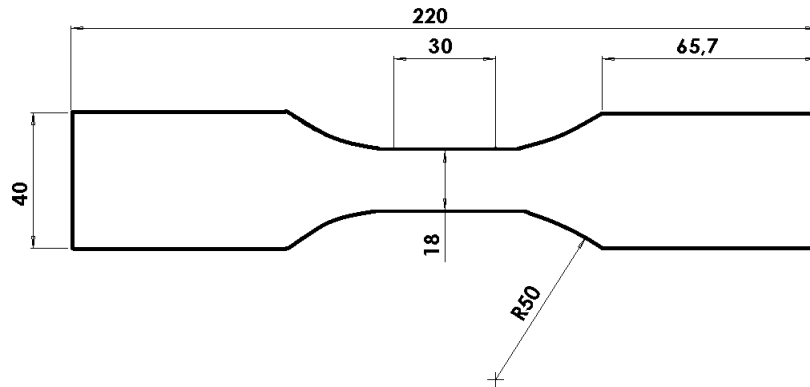
Fe-Zn phase	Young's modulus (GPa)	Vickers Microhardness under 0,25 N	Linear expansion coefficient ( $10^{-6} K^{-1}$ )
Fe	210	150	11.3
$\delta_C$	140	285	21.78
$\delta_P$	134	-	-
$\zeta$	117	112	31.1
$\eta$	75	70	29.3

Tableau1: Propriétés mécaniques des couches intermétalliques du revêtement de zinc [3].

## 2. MATERIEL ET METHODE

L'acier étudié est un acier TRIP800 laminé à chaud, d'épaisseur 3mm. Il contient une teneur importante de silicium. Le rôle du silicium est de stabiliser la ferrite et l'austénite résiduelle à température ambiante. Sa composition en pourcentage de poids est : 0.25% de carbone, 2 % de silicium, et plus de 10 % d'austénite résiduelle. La galvanisation au trempé à chaud a été réalisée à 440°C, pendant 4 min dans un bain Galvacar®. L'épaisseur moyenne de revêtement obtenue est de 80 μm. Pour étudier l'évolution des propriétés de l'acier TRIP800 après galvanisation au trempé à chaud,

des essais mécaniques ont été réalisés sur des éprouvettes de configuration identiques. Les dimensions et la géométrie des éprouvettes de bases testées sont représentées en figure 2. La direction de traction est choisie perpendiculaire à la direction de laminage.



**Figure 2 :** Configuration des éprouvettes testées (mm)

Les essais mécaniques sont réalisés à température ambiante sur des éprouvettes galvanisées et sur des éprouvettes en acier brut non traitées. Les essais de traction sont réalisés en conditions quasi-statiques (taux de déformation de  $10^{-3}$ .s $^{-1}$ ) sur une machine électromécanique Instron, de capacité maximale 250kN.

Les essais de fatigue sont effectués sur une machine servo-hydraulique Schenck (capacité de 100kN). Les paramètres d'essai contrôlé en charge sont une fréquence de 30 Hz, un taux de charge de 0.1 et une sollicitation sinusoïdale.

Suite à des essais de charge cycliques, des analyses sont effectuées à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage sur des échantillons d'acier TRIP800 galvanisés, dans deux directions : parallèle (polissage standard) et perpendiculaire à l'interface zinc-acier (technique d'électro-érosion sélective). La technique d'électro-érosion sélective a permis d'observer les couches intermétalliques successives, identifiées par leur potentiel électrochimique propre.

### 3. RESULTATS

Les courbes de traction conventionnelles sont obtenues pour l'acier galvanisé et l'acier brut (Fig. 3). Notons que les courbes de tractions de l'acier brut et de l'acier galvanisé sont différentes. En effet, les propriétés mécaniques évoluent après galvanisations : la résistance à la rupture évolue de 954MPa à 862MPa, la limite élastique de 573MPa à 664MPa, et l'élongation totale de 25.8% à 27.9%. De plus, la courbe de l'acier galvanisé comporte un palier de plastification, due à la formation de bandes de Lüders contrairement à l'acier brut.

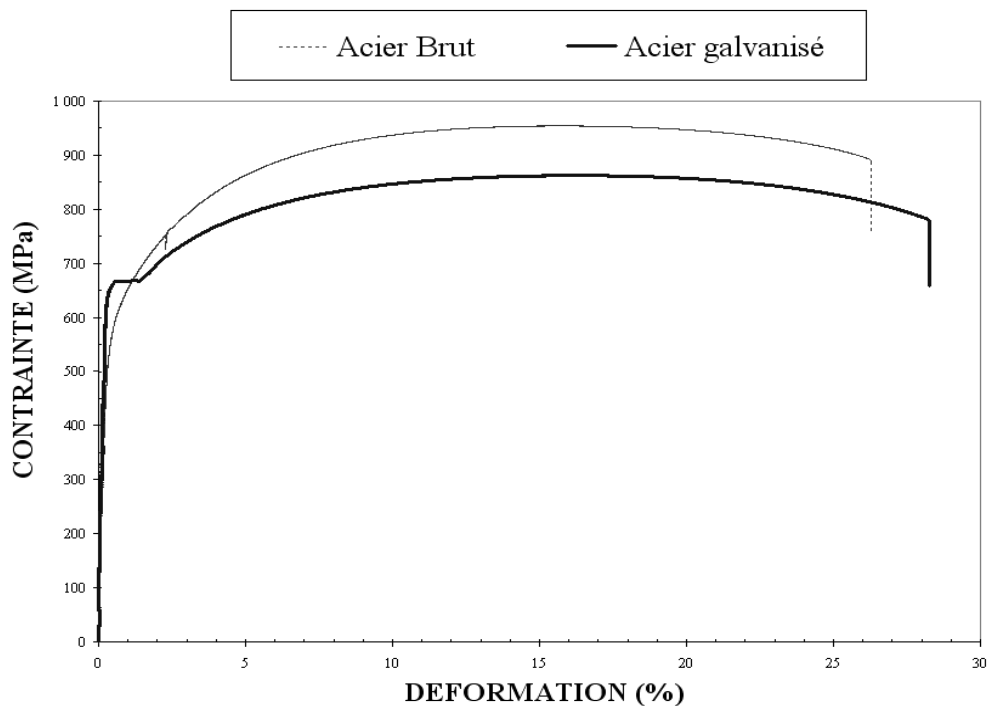


Figure 3 : Essais quasi-statiques pour les acier TRIP800 brut et galvanisé

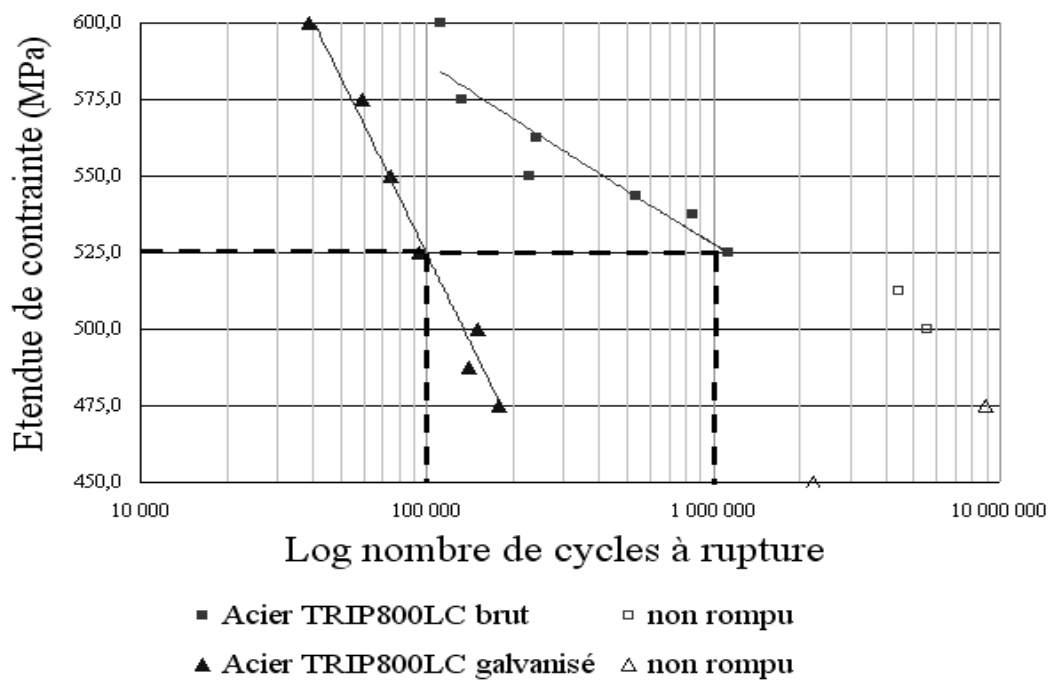
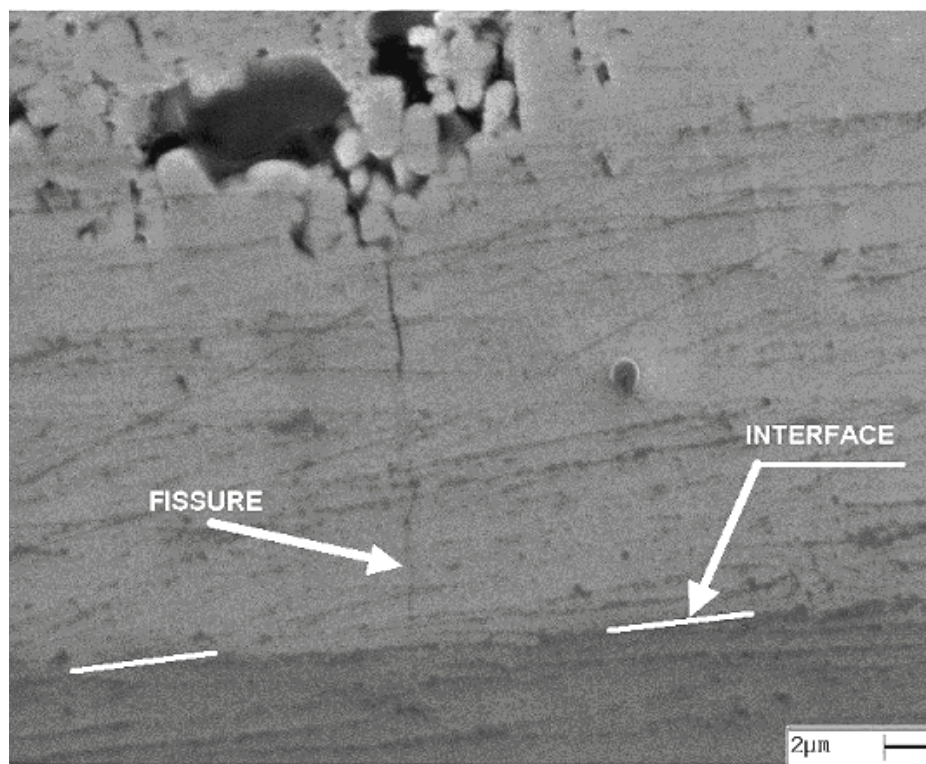
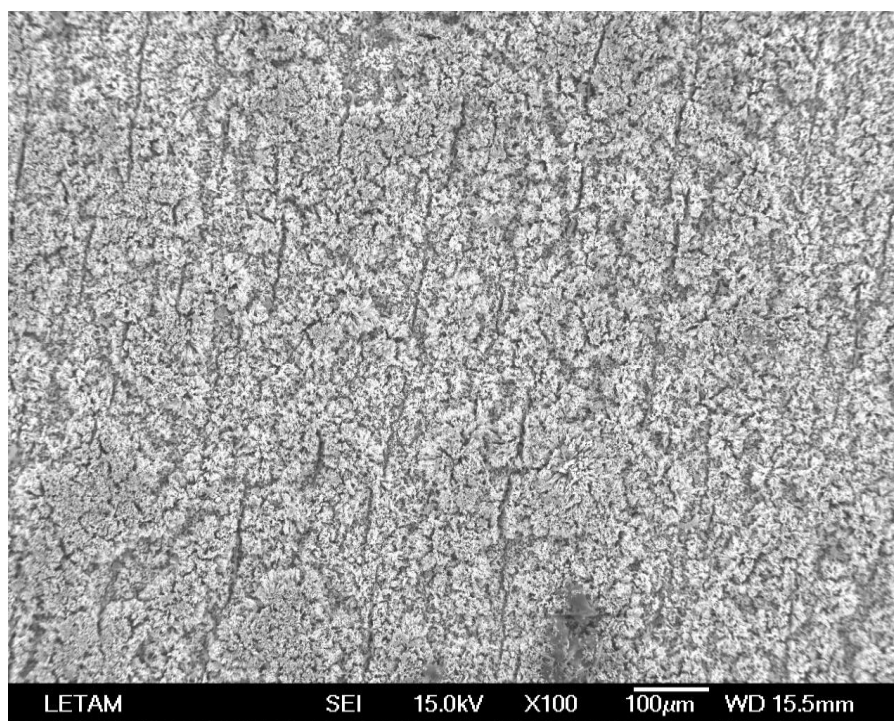


Figure 4 : Courbes de Wöhler de l'acier galvanisé et brut



**Figure 5 :** Fissures bloquées à l'interface zinc-acier après sollicitation



**Figure 6 :** Fissures dans le plan de la phase intermétallique  $\delta$

Les courbes de Wöhler donnent l'étendue des contraintes en fonction du nombre de cycles à rupture. Pour une même étendue de contrainte de 525MPa, le nombre de cycles passe de 1 000 000 pour l'acier brut à 100 000 cycles pour l'acier galvanisé. La limite de fatigue ( $R=0.1$ ) diminue également : de ~515 à 475MPa.

Les figures 5 et 6 présentent les résultats d'analyse au MEB d'échantillons sollicités en fatigue. La figure 5 est réalisée lors de l'observation d'échantillon dans une direction parallèle à la direction de l'interface. La figure 6, obtenue lors de l'observation perpendiculaire à l'interface, présente les fissures de la couche  $\delta$ . L'ensemble des observations révèle que les fissures pré-existantes dans le revêtement de zinc ne traversent pas l'interface Zinc-Acier, au cours de l'essai de fatigue.

#### 4. DISCUSSION

Après galvanisation au trempé à chaud, les propriétés mécaniques en conditions quasi-statiques évoluent : la résistance à la rupture baisse de 9%, tandis que la limite élastique est augmentée de 15%, et l'élongation totale de 8%. La galvanisation améliore donc la ductilité de l'acier TRIP800 laminé à chaud en entraînant une baisse de la résistance mécanique. Les performances en fatigues sont clairement dégradées après galvanisation. En effet, pour une même étendue de contrainte, de 525MPa, la durée de vie est réduite d'un facteur dix pour l'acier galvanisé par rapport à l'acier brut. Bergengren et Melander [5] imputent la réduction de la résistance à la fatigue à la propagation des fissures provenant du revêtement et relèvent une diminution de la durée de vie avec l'augmentation de l'épaisseur de revêtement (80-225 $\mu\text{m}$ ). Vogt et al. [8] ont la même conclusion. Cependant, Nilsson et al. [7] démontrent que l'épaisseur du revêtement (80-185 $\mu\text{m}$ ) n'a aucune influence sur les propriétés en fatigue. Reumont et al. [3] proposent un schéma de propagation de fissures, basé sur des études antérieures : les fissures se propagent initialement en mode I à partir de la phase  $\delta$ , puis croissent en mode II lorsqu'elles atteignent l'interface zinc-acier. Les investigations menées sur l'acier TRIP800 laminé à chaud, montrent que les fissures contenues initialement dans la couche  $\delta$  se propagent à travers les autres phases, au cours de l'essai de fatigue, mais sont stoppées à l'interface zinc-acier. Ce constat nous amène à penser que d'autres mécanismes sont susceptibles de jouer un rôle dans la dégradation de l'acier TRIP800 après galvanisation au trempé à chaud [9-11]. Ceci est corroboré par le fait que le réseau de fissures pré-existant n'est pas impliqué dans la chute de la durée de vie. Un réseau additionnel est formé dans les aciers, qui présentent une réduction de la durée de vie [5, 8].

#### 5. CONCLUSION

En conclusion, nous pouvons dire que :

- (1) Après galvanisation au trempé à chaud, la ductilité de l'acier TRIP800 laminé à chaud est amélioré et la résistance mécanique a légèrement diminuée.
- (2) La galvanisation au trempé à chaud affecte les propriétés en fatigue de l'acier TRIP800 de façon importante. La durée de vie de l'acier est divisée par dix pour une étendue de contrainte de 525MPa.
- (3) Les fissures contenues dans le revêtement de zinc, correspondant à la relaxation des contraintes thermiques au cours du refroidissement après sortie du bain de zinc, sont stoppées à l'interface cours de la sollicitation en fatigue. En accord avec les travaux de Nilsson et al., qui montrent que la variation de l'épaisseur de revêtement n'a pas d'effet sur les propriétés en fatigue. L'étude menée, sur l'influence de la fissuration sur la résistance à la fatigue de l'acier TRIP laminé à

chaud, montre que d'autres mécanismes peuvent être responsables de la dégradation des propriétés de fatigue. Nous citons l'influence des opérations de prétraitement avec possibilité de fragilisation à l'hydrogène et le traitement thermique du à l'immersion dans le bain de zinc liquide [10-11].

## Remerciements

Les auteurs souhaitent remercier l'Agence Nationale de la Recherche française (ANR) pour son financement.

## 6. RÉFÉRENCES

1. A.R. Marder, The metallurgy of zinc-coated steel, *Prog Mater Science* 45 (2000) 191-271.
2. Peng Bicao, Wang Jianhua, Su Xuping, Li Zhi, Yin Fucheng, *Surface & Coating Technology* 202 (2008) 1785-1788.
3. G.Reumont, J.B. Vogt, A.Iost, J.Foct, The effects of a Fe-Zn intermetallic-containing coating on the stress corrosion cracking behavior of a hot-dip galvanized steel, *Surf Coat Tech* 139 (2001) 265-271.
4. P.De la Cruz, T.Ericsson, Influence of hot dip galvanizing on fatigue and corrosion fatigue resistance of a B-Mn steel, *Scand J Metal* 26(4) (1997) 145-152.
5. Y.Bergengren, A.Melander, An experimental and theoretical study of the fatigue properties of hot-dip galvanized high strength sheet steel, *Int J Fatigue* 14(3) (1992) 154-162.
6. F.Nieth, H.Wiegand, The behaviour of high-strength structural steels after hot-dip galvanizing at dynamic stress, *Arch Eisenhüttenwes.*46 (9) (1975) 589-593.
7. T.Nillson, G.Engberg, H.Trogen, Fatigue properties of hot-dip galvanized steels, *Scand J Metal* 18(4) (1989) 166-75.
8. Vogt J-B, Boussac O, Foct J. Prediction of fatigue resistance of a hot-dip galvanized steel. *Fatigue Fract Eng Mater Struct* 24 (1) (2001) 33-39.
9. K. Berchem, M.G. Hocking, The influence of pre-straining on the high-cycle fatigue performance of two hot-dip galvanised car body steels, *Mater Charact* 58 (2007) 593-602.
10. S. Aden-Ali, A. Chamat, J. Gilgert, E.J. Petit, S. Dominiak, L. Schmitt, M. Gilles and Z. Azari, *Engineering Failure Analysis*, Volume 16, Issue 7, October 2009, Pages 2009-2019.
11. Azari Z., Abbadi M., Moustabchir H., Lebienvu M. The influence of fatigue cycling on the oxidation kinetics and crack initiation of a Cr-Mo steel, *Int J Fatigue*, 2007, Vol. 30, N0 3, P : 517-527.