REVUE DE STATISTIQUE APPLIQUÉE

Y. MORILLON

Examen statistique des caractéristiques de largets d'aciers Thomas BTM et Thomas normal

Revue de statistique appliquée, tome 6, nº 3 (1958), p. 41-92 http://www.numdam.org/item?id=RSA_1958_6_3_41_0

© Société française de statistique, 1958, tous droits réservés.

L'accès aux archives de la revue « Revue de statistique appliquée » (http://www.sfds.asso.fr/publicat/rsa.htm) implique l'accord avec les conditions générales d'utilisation (http://www.numdam.org/conditions). Toute utilisation commerciale ou impression systématique est constitutive d'une infraction pénale. Toute copie ou impression de ce fichier doit contenir la présente mention de copyright.



Article numérisé dans le cadre du programme Numérisation de documents anciens mathématiques http://www.numdam.org/

EXAMEN STATISTIQUE DES CARACTÉRISTIQUES DE LARGETS D'ACIERS THOMAS BTM ET THOMAS NORMAL

par Y. MORILLON Ingénieur à l'Institut de Recherches de Sidérurgie

Dans cette étude, l'auteur compare diverses caractéristiques mécaniques de largets d'aciers Thomas normaux et d'aciers Thomas BTM (basses teneurs en métalloîdes) qui diffèrent des premiers principalement par leurs teneurs en phosphore et en azote nettement plus basses. D'autres facteurs : teneurs en manganèse et température de fin de laminage ont été également pris en considération.

Le plan d'essais avait été conçu de façon à permettre de tester l'influence de chaque facteur contrôlé indépendamment des hypothèses faites sur les influences des autres facteurs (orthogonalité) par des analyses de variance effectuées en adoptant des modèles "hiérarchiques mixtes" dans lesquels deux sortes de variations sont considérées comme aléatoires : les différences moyennes entre coulées et les variations résiduelles qui comprennent notamment les erreurs de mesure.

Ces dépouillements par l'analyse de variance ont été complétés dans certains cas par des tests directs de certaines "sous-hypothèses".

L'emploi combiné de ces diverses méthodes a permis de dégager des conclusions nettes concernant notamment l'influence des teneurs en P, N_2 et Mn et de la température de fin de laminage sur la température de transition UF.

PLAN DE L'ETUDE

Première partie: INTRODUCTION.

Deuxième partie: ORGANISATION ET REALISATION DES ESSAIS

I - Plan des essais.

II - Réalisation du plan d'essais.

Troisième partie: METHODES STATISTIQUES UTILISEES DANS LE DEPOUIL-LEMENT DES ESSAIS.

Quatrième partie : EXAMEN DES CARACTERISTIQUES CHIMIQUES ET ME-TALLOGRAPHIQUES DES ACIERS ETUDIES.

I - Analyses chimiques.II - Grosseur du grain.

Cinquième partie : DEPOUILLEMENT DES RESULTATS DES ESSAIS MECANIQUES.

I - Essais de traction.

II - Essais de résilience UF

Sixième partie: RESUME ET CONCLUSIONS.

Introduction

Les aciers Thomas élaborés par soufflage, au convertisseur à garnissage basique, de fontes à plus de 1,4% de phosphore (dites "fontes Thomas") sont caractérisés par des teneurs élevées en phosphore et en azote. De nombreuses études ont montré que ces éléments semblaient avoir une influence nettement défavorable sur certaines caractéristiques mécaniques du métal et, notamment, celles en rapport avec la fragilité à basse température. Aussi, depuis une dizaine d'années, divers procédés ont été mis au point pour obtenir à partir de fontes Thomas des aciers à basses teneurs en phosphore et en azote. Les aciers Thomas BTM (Basses Teneurs en Métalloïdes) dont les caractéristiques sont étudiées dans la présente note ont été élaborés par l'Institut de Recherches de la Sidérurgie (IRSID) à l'aciérie de Senelle de la Société Lorraine-Escaut, en utilisant une technique décrite dans une publication antérieure (1) qui comporte notamment l'utilisation d'air enrichi en oxygène.

Les coulées obtenues lors de cette campagne (environ 200 coulées BTM et 90 coulées témoins Thomas normales) ont été transformées en produits laminés très divers.

Dans la présente note, nous parlerons seulement d'essais effectués sur des largets de 12 mm d'épaisseur; notre but n'est pas, en effet, d'exposer dans le détail les caractéristiques des aciers Thomas BTM, mais seulement de donner un exemple d'utilisation des méthodes statistiques dans une étude métallurgique. Nous signalerons toutefois que des tôles fortes de 12 et 20 mm d'épaisseur ainsi que des poutrelles laminées à partir de lingots provenant des mêmes coulées que les largets (l'affectation des lingots aux tôles, poutrelles et largets ayant d'ailleurs fait l'objet d'un plan statistique) ont été soumises à des essais mécaniques divers et que l'ensemble des résultats concernant ces coulées, ainsi que des coulées Martin de comparaison, fera l'objet d'une publication ultérieure dans une revue métallurgique.

Organisation et réalisation des essais température de la Transition U.F.

I. - PLAN DES ESSAIS

A - COULEES ETUDIEES.

Le but des essais était de comparer l'acier Thomas BTM à l'acier Thomas normal et d'étudier l'influence de la teneur en manganèse sur les caractéristiques des aciers Thomas BTM. Les essais furent donc prévus sur 18 coulées réparties comme suit :

⁽¹⁾ P. LEROY, B. TRENTINI et E. DEVERNAY: Nouvelle contribution à l'élaboration d'aciers Thomas à basses teneurs en métalloides (BTM). La Documentation métallurgique (15 Juin 1956) - N° spécial Sa 1, pp. 12-61.

- 1) 6 coulées Thomas BTM à haut Mn. (fourchette d'analyse fixée : 0, 40 0, 50% de Mn) repérées T_1 à T_6 .
- 2) 6 coulées Thomas BTM à bas Mn. (fourchette d'analyse fixée : 0.25 0.35% de Mn) repérées T_1'' à T_6'' .
- 3) 6 coulées Thomas normales à haut Mn.

 (fourchette d'analyse fixée: 0,40 0,50% de Mn) repérées T'₁ à T'₆.

B - FACTEURS SECONDAIRES.

Il avait été admis a priori qu'il pouvait y avoir une influence des facteurs secondaires ci-après :

1) Rang du lingot dans la coulée.

Une coulée Thomas donne 4 lingots de 4 tonnes⁽¹⁾ qui sont coulés au jet l'un après l'autre. Il ya donc un facteur "rang du lingot" qui peut éventuellement avoir une influence sur les caractéristiques du métal. Toutefois, on admet généralement qu'il n'y a pas de différences systématiques entre les deux lingots médians.

Le choix du lingot à laminer en largets fut donc, pour chaque nuance, fixé de la façon suivante :

Pour 2 coulées lingot de rang 1 (groupe 1)
Pour 2 coulées lingot de rang 2 ou 3 (groupe 2)
Pour 2 coulées dernier lingot utilisable,
en général le 4^e (groupe 3)

2) Conditions de laminage et de refroidissement.

Il est bien connu que les conditions de laminage (et notamment la température de fin de laminage) et de refroidissement peuvent avoir une influence notable sur certaines caractéristiques de l'acier à l'état brut.

Comme il était trop difficile d'assurer l'identité des conditions de laminage pour les 18 lingots de l'étude, il fut décidé de constituer des unités de laminage plus petites comprenant les 6 lingots (2 de chaque nuance) déjà associés d'après leur rang dans la coulée. Un groupe de laminage devait donc être constitué par des lingots de même rang dans la coulée laminés, dans des conditions aussi identiques que possible.

Les conditions de refroidissement devaient être aussi identiques que possible pour toutes les coulées.

C - CARACTERISTIQUES DETERMINEES.

Les caractéristiques déterminées sur les largets devaient être :

1) Les teneurs chimiques des éléments habituellement dosés (C, Mn, P, S, N_2 , O_2) sur des prélèvements à 20% (en poids du lingot) de la tête et en pied des lingots (chûtage habituel de l'usine), ainsi que les grosseurs du grain ferritique et Mac Quaid sur les prélèvements de tête.

⁽¹⁾ En fait, on a coulé aussi parfois des lingots "Sollac"; de 8 t; pour simplifier, nous avons compté de tels lingots comme équivalents à 2 lingots de 4 t.

2) Les caractéristiques de traction en travers :

Limite élastique supérieure
Résistance à la traction
Allongement à la rupture
Striction à la rupture
S%

aux états brut de laminage et vieilli artificiellement, sur les mêmes prélèvements.

3) Les températures de transition de la résilience UF sur les prélèvements de tête à divers états; le plan initial ne prévoyait que des essais aux états brut et vieilli mais il fut décidé, par la suite, d'effectuer également des essais après une austénitisation à 925° suivie d'un refroidissement à l'air ou à l'eau. Ces états seront appelés respectivement : état normalisé et état trempé à l'eau.

II. – RÉALISATION DU PLAN D'ESSAIS

A - CHOIX DES COULEES ETUDIEES.

Deux conditions étaient imposées aux coulées destinées à l'étude :

- 1) Leurs teneurs en Mn devaient être comprises dans des fourchettes d'analyse fixées.
- 2) Elles devaient comporter un lingot d'un type déterminé (lingot carré de 4 t utilisé par le train à larget) d'un rang fixé dans la coulée.

Elles devaient donc être élaborées spécialement en vue des essais et il n'était pas question de les tirer au hasard dans un lot de métal déjà fabriqué.

La première condition paraissant assez difficile à réaliser, il fut élaboré un nombre de coulées double de celui correspondant au plan fixé soit, pour chaque nuance, 4 coulées du groupe 1 (groupe pour lequel les lingots destinés aux essais sont les premiers des coulées), 4 coulées du groupe 2, etc.

La moitié de ces coulées fut éliminée après examen des teneurs en Mn sur lingotin de coulée; malgré cette précaution, les teneurs en Mn sur largets de plusieurs coulées BTM à haut Mn et Thomas normal ont été légèrement inférieures à la fourchette d'analyse fixée.

B - LAMINAGE ET REFROIDISSEMENT.

Les lingots furent laminés en largets à l'usine de Mont St-Martin de la Société Lorraine-Escaut.

Ils furent réchauffés dans un four Pit comportant des cellules; les 6 lingots d'un même groupe (soit 2 lingots de chacune des 3 nuances) ont été placés dans une même cellule puis laminés à la suite les uns des autres en alternant les 3 nuances.

Les températures de fin de laminage relevées en tête et pied des largets (après chûtage au blooming de 8 à 15% en tête et 4 à 7% en pied) sont considérées par les ingénieurs ayant surveillé le laminage comme très précises.

Dans le tableau ci-dessous, il a été effectué une correction (par interpolation linéaire) sur les résultats des prélèvements de tête pour tenir compte du chûtage complémentaire effectué sur les largets et avoir ainsi des températures se rapportant bien aux prélèvements étudiés à l'IRSID (à 20% de la tête). Cette correction est d'ailleurs peu importante (2 à 8°).

Tableau I
Températures de fin de laminage

	Prélèvei	ment de tête	Prélèvement de pied		
	moyenne	extrèmes	^m oyenne extrèmes		
Groupe 1	897°	883°-905°	928°	920°-930°	
Groupe 2	938°	928°-946°	978°	960°-985°	
Groupe 3	926°	916°-937°	961°	950°-970°	

La différence entre le groupe 3 et le groupe 1 est significative à 1% (test de Student); la différence entre le groupe 2 et le groupe 3 n'est pas significative. En gros, on peut admettre que la température de fin de laminage des prélèvements de tête a été d'environ 900° pour le groupe 1 et 930° pour les groupes 2 et 3. Les températures sont plus élevées en pied car les dernières passes s'effectuaient le pied devant. Après découpage en longueurs de 5,20 m, les largets étaient empilés automatiquement; les prélèvements de tête étudiés à l'IRSID se trouvant recouverts par 2 à 5 largets (le plus souvent 4) ont subi, de ce fait, un refroidissement lent. Les prélèvements de pied proviennent du dernier larget tout au-dessous du tas.

Méthodes statistiques utilisées dans le dépouillement des essais

A - ANALYSE DE VARIANCE.

Nous avons à comparer 3 nuances représentées chacune par 6 coulées et pour chaque coulée, nous disposons de plusieurs résultats qui correspondent, soit à des positions de prélèvements différentes (tête ou pied : c'est le cas des analyses chimiques et des essais de traction), soit à la même position de prélèvement pour des conditions d'essais ou des traitements du métal différents (c'est le cas des essais de résilience : long ou travers, état brut ou vieilli, austénitisation suivie d'un refroidissement à l'air ou à l'eau). Nous voyons donc que tous les résultats pourront être dépouillés d'une façon similaire, basée sur le modèle mathématique ci-après :

$$(M_o)$$
 $x_{ijkl} = M + N_i + L_j + (NL)_{ij} + \gamma_{k(ij)} + A_l + (NA)_{il} + (LA)_{jl} + \epsilon_{ijkl}$

Les <u>lettres latines</u> figurant au second membre représentant des <u>variables</u> certaines caractérisant :

M : la moyenne générale,

 N_i : la nuance (i = 1, 2, 3),

 L_i : le groupe de laminage (j = 1, 2, 3),

A: un effet systématique à 2 variantes pour chaque coulée (1 = 1, 2) qui peut être l'effet "position du prélèvement", l'effet "sens de prélèvement des éprouvettes", etc.

et les interactions du premier ordre entre ces facteurs. On impose à ces variables les conditions habituelles :

$$\sum_{i} N_{i} = \sum_{j} L_{j} = \sum_{i} A_{i} = 0$$

$$\sum_{i} (NL)_{ij} = 0$$
 quel que soit j
$$\sum_{j} (NL)_{ij} = 0$$
 quel que soit i etc.

Les <u>lettres grecques</u> représentent des <u>variables aléatoires</u> que nous supposons indépendantes et normalement distribuées.

- les $\gamma_{k(ij)}$ représentent les <u>variations entre coulées</u> repérées k dans le groupe de laminage j de la nuance i;

- les $\epsilon_{i\,j\,k\,l}$ sont les erreurs résiduelles correspondant au modèle; elles comprennent notamment les erreurs de mesures.

$$\epsilon_{ijkl} = N(0, \sigma^2)$$

Tableau II

Sources de variation	Sommes de carres	Degrés de liberté	Espérances mathé- matiques des carrés moyens
Entre nuances N	$Q_{n} = \frac{\sum_{i} X_{i}^{2}}{12} - (TC)$	1	$\sigma^2 + 2\sigma_c^2 + 12\sum_i N_i^2$
Entre groupes de laminage L	$Q_{\perp} = \frac{\sum_{j} X_{,j}^{2}}{8} - (TC)$	2	$\sigma^2 + 2\sigma_c^2 + 4\sum_j L_j^2$
Interaction N×L	$Q_{NL} = \frac{\sum_{ij} X_{ij,}^{2}}{4} - Q_{N} - Q_{L} - (TC)$	2	$\sigma^2 + 2\sigma_c^2 + 2\sum_{ij} (NL)_{ij}^2$
Entre coulées (Rés B) intra-nuance	$Q_{c} = \frac{\sum_{ijk} X_{ijk}^{2}}{2} - \frac{\sum_{ij} X_{ij}^{2}}{4}$	6	$\sigma^2 + 2\sigma_c^2$
Entre variantes du facteur A	$Q_{\lambda} = \frac{\sum X_{\dots 1}^2}{12} - \text{(TC)}$	1	σ^2 + 12 \sum_{i} A_1^2
Interaction N × A	$Q_{NA} = \frac{\sum X_{11}^{2}}{6} - Q_{N} - Q_{A} - (TC)$	1	σ^2 + 6 $\sum_{i,j}$ (NA) $_{i,j}^2$
L ×A	$Q_{LA} = \frac{\sum X_{.j.1}^2}{4} - Q_L - Q_A - (TC)$	2	σ^2 + 2 $\sum_{j }$ (LA) ²
Résiduelle (Rés C)	Q - (Total des sommes de carrés ci-dessus	8	σ^2

Un tel modèle peut être appelé "hiérarchique mixte".

L'analyse de variance correspondant à ce modèle est exposée dans le tableau II ci-après. Dans ce tableau, on n'a considéré que deux variantes de l'effet "nuance"; dans les dépouillements, nous avons en général, en effet, comparé:

- d'une part, les aciers BTM à haut Mn et à bas Mn (comparaisons à phosphore et azote constants).
- et, d'autre part, les aciers BTM à haut Mn et Thomas normaux (compaparaisons à manganèse constant).

On voit dans le tableau II qu'il faut tester les effets N, L et NL par rapport à Rés B et l'effet A et ses interactions par rapport à Rés C.

On peut également tester l'existence de variations entre coulées en formant le rapport $\frac{\text{R\'es }B}{\text{R\'es }C}$.

B - ANALYSE DE COVARIANCE.

Les résultats des essais mécaniques et des analyses chimiques constituent des mesures <u>associées</u> sur les mêmes prélèvements. On peut donc songer à utiliser les techniques de l'analyse de covariance pour comparer les résultats des essais mécaniques <u>corrigés</u> de l'influence des variations de composition chimique. Il n'est pas possible de donner un schéma général de dépouillement comme nous l'avons fait pour l'analyse de variance et nous exposerons les modèles et les tests utilisés dans chaque cas particulier lorsque nous parlerons des résultats considérés.

Cependant, il nous a semblé utile de rappeler auparavant la méthode générale du test d'une sous-hypothèse utilisée dans tous les tests considérés. Cette méthode est exposée en annexe (annexe I).

Examen des caractéristiques chimiques et métallographiques des aciers étudiés

Avant d'examiner les résultats des essais mécaniques effectués, nous avons cherché à bien préciser la signification chimique et métallographique des facteurs : nuance, groupe de laminage (confondu avec le rang du lingot) et position de prélèvement dont nous étudions par la suite l'influence sur les caractéristiques mécaniques. Cette étude dont les conclusions sont exposées en détail ci-après a montré que la différence voulue entre les teneurs en Mn des aciers BTM à haut et bas Mn s'accompagnait d'une différence des teneurs en carbone,

que la forte différence attendue entre les teneurs en P et $\rm N_2$ des aciers Thomas normaux et BTM à haut Mn s'accompagnait de différences notables des teneurs en S et C de ces aciers et, enfin, que le rang du lingot n'avait pas d'influence nette sur la composition chimique (sauf peut-être une ségrégation du carbone un peu plus forte pour le dernier lingot que pour les autres). Par ailleurs, le grain austénitique Mac Quaid est en moyenne plus gros pour les aciers Thomas BTM à haut Mn que pour les aciers BTM à bas Mn. Pour ce qui est du grain ferritique, on n'observe pas de différences systématiques en liaison avec les facteurs contrôlés.

I. - ANALYSES CHIMIQUES

Les teneurs en C, Mn, P, S et $\rm N_2$ ont été déterminées par deux analyses sur les prélèvements de tête et une analyse sur les prélèvements de pied. Les copeaux analysés provenaient de toute l'épaisseur des largets et comprenaient donc la peau pure et la zone ségrégée. Les teneurs en $\rm O_2$ ont été déterminées par deux analyses sur les prélèvements de tête.

A - EXAMEN PRELIMINAIRE DES RESULTATS.

Un examen rapide des résultats montre que les teneurs en C, S, P et N $_2$ sont, comme il était à prévoir, plus élevées en tête qu'en pied de lingot, sauf pour une coulée à bas Mn (coulée repérée T''_{4}) pour laquelle les résultats d'analyse sont :

	C%	S%	P %	\mathbf{N}_{2} %
en tête	0,035	0,0165	0,019	0,0047
en pied	0,050	0,0320	0,032	0,0065

De toute évidence, ces résultats sont anormaux et doivent traduire quelque accident survenu au cours du laminage ou de l'élaboration, par exemple : effervescence anormale, lingot retourné au cours du laminage ou, tout simplement, erreur dans le marquage des prélèvements. En tous cas, ces résultats doivent être considérés comme aberrants et la coulée correspondante doit être éliminée de l'étude.

B - ETUDE DE LA DISPERSION DES RESULTATS.

Les variances des mesures estimées d'après les répétitions des analyses figurent dans le tableau III ci-après. Ces estimations sont basées sur 6 degrés de liberté (5 dans le cas de l'acier BTM à bas Mn). Les écarts-types de P et S sont nettement plus élevés pour l'acier Thomas normal que pour les aciers BTM alors que l'écart-type de $\rm O_2$ est plus élevé pour l'acier BTM à bas Mn que pour les autres nuances. Dans l'ensemble, l'écart-type semble croître avec la teneur moyenne. Les estimations obtenues sont en assez bon accord avec celles résultant d'études antérieures. Ces écarts-types caractérisent la reproductibilité de l'analyse lorsqu'elle est répétée sur d'autres copeaux prélevés au même endroit.

BTM bas Mn BTM haut Mn Thomas normal m s m s s m 28,08 39,71 0,29 Mn(0,01%)0,60 37,25 0 32,08 0,84 35,66 0,40 (0,001%)47,82 3,92 S (0,001%) 31,75 23,41 39,75 0,63 0,50 2,42

Tableau III

m : moyenne s : écart-type

1	BTM bas Mn		BTM h	aut Mn	Thomas normal		
	m	s	m	s	m	s	
N_2 (0,001%) O_2 (0,001%)	6,16 48,83	0,42 6,08	5,75 30,83	0,29 2,75	11,03 32,33	0,25 1,35	

Dans le cas du carbone, les résultats en double donnés à 0,005% près sont presque tous identiques.

Les <u>variances empiriques entre coulées</u> ont été calculées en éliminant l'influence présumée du rang du lingot et en considérant les moyennes des analyses effectuées sur les prélèvements de tête de chaque coulée. Elles sont basées sur 3 degrés de liberté pour chaque nuance sauf pour l'acier BTM à bas Mn (résultats manquants).

Les écarts-types entre coulées figurent dans le tableau ci-dessous :

Tableau IV

	Ecarts-types entre coulées (moyennes des 2 analyses de tête)					
	BTM bas Mn					
C (0,01%) Mn(0,01%) P (0,001%) S (0,001%) N ₂ (0,001%) O ₂ (0,001%)	0,35 7,04 10,60 10,10 0,35 5,30	0,37 3,30 3,25 4,84 0,60 8,12	0,87 4,41 16,10 5,14 2,64 6,29			

C - DEPOUILLEMENT DES RESULTATS PAR L'ANALYSE DE VARIANCE (Tableaux LC $_{\rm 11}$).

Il ne nous a pas semblé utile de comparer systématiquement toutes les nuances deux à deux car les différences entre nuances sont souvent assez fortes pour qu'il soit possible de conclure sans avoir recours à des tests statistiques.

Il est bien certain, par exemple, que l'échantillon de coulées Thomas normales étudié présente des teneurs en P et $\rm N_2$ plus élevées que l'acier BTM et que le Mn est plus élevé pour le BTM haut Mn que pour le BTM bas Mn. Ceci résulte des méthodes mêmes d'élaboration et de sélection des coulées et n'a pas besoin d'être confirmé par un effet "nuance" significatif. Par contre, il est intéressant de comparer les teneurs qui, normalement, devraient être voisines, c'est-à-dire :

teneurs en C, S, P et N_2 des aciers BTM à haut et bas Mn teneurs en C et Mn des aciers BTM à haut Mn et Thomas normaux teneurs en O_2 des trois nuances d'aciers.

Pour ces comparaisons, nous avons utilis le modèle (M_o) exposé dans la troisième partie, le facteur contrôlé A étant ici la position de prélèvement P.

Nous avons également étudié l'influence du rang du lingot et de la position de prélèvement sur les teneurs en P, N_2 et S des aciers Thomas normaux et la teneur en Mn des aciers BTM à bas Mn. Le modèle utilisé pour ces analyses dérive du modèle (M_0) par suppression de l'effet nuance.

Il faut noter que les hypothèses d'unicité de la variance admises dans le modèle (M_{\circ}) ne sont pas parfaitement vérifiées puisque les écarts-types des mesures et les écarts-types entre coulées peuvent être nettement différents pour les diverses nuances et qu'on a traité de la même façon les résultats en tête qui sont la moyenne de deux analyses et les résultats en pied qui ne résultent que d'une seule analyse.

En fait, plusieurs études récentes, parmi lesquelles nous citerons celle de Horsnell(1) ont montré que la non-vérification de l'hypothèse d'unicité de la variance ne risquait pas de fausser gravement les résultats des tests tout au moins quand les effectifs des classes sont égaux (ces études concernent, en général, l'analyse de variance à une dimension mais leurs conclusions semblent pouvoir se généraliser à des analyses plus complexes).

Nous avons estimé les données manquantes (résultats de la coulée T''_{+} considérés comme aberrants) dans les analyses où figurent les coulées BTM à bas Mn par les résultats de l'autre coulée du même groupe. Il a été tenu compte de ces estimations dans le dénombrement des degrés de liberté (on a estimé une moyenne de coulée et une différence tête-pied de sorte qu'il faut supprimer un degré de liberté à chacune des résiduelles B et C).

Les résultats des analyses de variance peuvent être résumés comme suit:

Carbone (Tableaux LC₁ et LC₂).

La teneur moyenne est significativement plus élevée pour le BTM à haut Mn (0,042%) que pour le BTM à bas Mn (0,032%), cette dernière teneur est identique à celle du Thomas normal (0,032%).

La ségrégation entre prélèvements de tête et de pied semble un peu plus marquée pour les lingots du troisième groupe (derniers lingots) qui ont des teneurs entête un peu plus élevées et des teneurs en pied du meme ordre que celles des autres lingots. Cette ségrégation semble, d'autre part, plus marquée pour l'acier BTM à bas Mn que pour les deux autres nuances.

Manganèse (Tableaux LC, et LC,).

Les teneurs moyennes ne sont pas significativement différentes pour les aciers BTM à haut Mn (0, 39%) et Thomas normal (0, 38%), la teneur moyenne des aciers BTM à bas Mn étant nettement plus basse (0,27%). On peut noter que la teneur moyenne des aciers BTM à haut Mn et Thomas normal tombe au-dessous de la fourchette d'analyse fixée (0,40-0,50%). Cependant, il n'y a pas de recouvrement des teneurs des aciers BTM à haut Mn (valeurs extrèmes: 0,341-0,45%) et bas Mn (valeurs extrèmes: 0,195-0,337%). Il n'y a pas de ségrégation nette entre tête et pied mais la teneur moyenne du dernier lingot semble un peu plus élevée (de 0,04%) que celle des autres lingots, cette différence n'est cependant pas significative devant la variance entre coulées.

Phosphore (Tableaux LC, et LC6).

Il n'y a pas de différence significative entre les aciers BTM à haut Mn (moyenne 0,0282%) et à bas Mn (moyenne 0,0246%), la teneur moyenne des aciers Thomas normaux étant nettement plus élevée (moyenne 0,0381%). La différence due à la ségrégation entre tête et pied est très importante (0,0149% pour les

⁽¹⁾ Biometrika, Vol 40, Part 1, 2, pp. 128-136.

1°) Carbone (0,01%)

 LC_1

	1er g	roupe P	2ème ; T	groupe P	3ème g T	groupe P	Moye T	nnes P
BTM bas Mn	3,25	3,00	3,75	3,00	(4,00)	(2,50)	5,67	2,83
BTM haut Mn	3,85	4,25	4,25	4,00	4,85	4,00	4,32	4,08

T : prélèvement de tête

P: prélèvement de pied.

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
Entre N Entre L N L C intra N P N×P L×P Résiduelle	5,42 0,26 0,18 1,67 1,71 0,53 1,56 0,64	1 2 2 5 1 1 2 7	5,42 0,13 0,09 0,33 1,71 0,53 0,78 0,09	16,23 < 1 < 1 3,67 18,79 5,82 8,57	HS ns ns HS SS

P: position de prélèvement.

 LC_2

	1er g	roupe P	2ème groupe T P		3ème groupe T P		Moyennes T P	
BTM haut Mn	3,85	4,25	4,25	4,00	4,85	4,00	4,32	4,08
Thomas normal	3,25	3,25	2,67	2,75	4,50	3,25	3,47	3,08

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
Entre N Entre L N×L C intra N P N× P L× P Résiduelle	5, 18 2, 30 0, 83 5, 57 0, 55 0, 03 1, 74 0, 84	1 2 2 6 1 1 2 8	5, 18 1, 15 0, 41 0, 93 0, 55 0, 03 0, 87 0, 10	5,57 1,23 < 1 9,3 5,5 < 1 8,7	presque IS ns ns HS IS ns

Les chiffres figurant dans les tableaux correspondent aux moyennes de deux coulées sauf pour le 3ème groupe des aciers BTM à bas Mn qui ne concerne qu'une seule coulée (résultats manquants).

Les abréviations suivantes ont été utilisées :

DL : degrés de liberté S : significatif au risque 5% ns : non significatif au risque 5% HS : " " " 1%

THS : " " 1%

2°) Manganèse (0,01%)

LC₃

	1er gr	roupe P	2ème T	groupe P	3ème T	groupe P	4ème T	groupe P
BTM haut Mn	32,20	37,25	39,35	40,00	41,60	41,75	39,71	39,67
Thomas normal	35,25	36,50	33,25	35,75	43,25	42,50	37,25	38,25

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
Entre N " L N × L C intra N P N× P L× P Résiduelle	22,62 151,83 40,75 188,08 1,35 1,66 3,92 32,83	1 2 2 6 1 1 2 8	22,62 75,61 20,37 31,35 1,35 1,66 1,96 4,10	< 1 2,42 < 1 7,64 < 1 < 1 < 1	ns ns ns HS ns ns

$LC_{_{\Psi}}$

		1er g T	roupe P	2ème T	groupe P	3ème T	groupe P	moye T	nnes P
1	BTM bas Mn	27, 10	26,25	26,95	26,25	(30,20)	(27, 50)	28,08	26,66

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
Entre L C intra N P L×P Résiduelle	13,07 216,46 6,03 2,47 2,82	2 2 1 2 2 -	6,53 108,23 6,03 1,23 1,41	< 1 76,7 4,3 < -	ns THS ns ns

3°) Phosphore (0,001%)

 LC_5

	1er groupe 2ème grou T P T P		groupe P	3ème g T	groupe P	Moyennes T P		
BTM bas Mn	33,00	17,50	31,25	17,00	(32,00)	(17,00)	32,08	17,16
BTM haut Mn	36,25	22,00	32, 50	19,00	38,25	21,50	35,66	20,83

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
Entre N Entre L N × L C intra N P N × P L × P Résiduelle	78,84 27,00 14,25 409,94 1327,59 0,02 4,00 33,02	1 2 2 5 1 1 2 7	78,84 13,50 7,12 81,99 1327,59 0,02 2,00 4,71	<1 <1 <1 17,4 281,80 <1 <1	ns ns ns THS ns

 LC_6

	1er g	roupe	2ème g	groupe	3ème ą	groupe	Moye	nnes
	T	P	T	P	T	P	T	P
Thomas normal	45,00	29,50	42,25	24,50	56,20	31,00	47,82	28,33

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
Entre L C intra N P L x P Résiduelle	213, 19 887, 75 1138, 80 51, 55 103, 26	2 3 1 2 3 11	106,59 295,92 1138,80 25,58 34,42	<1 8,59 33,08 <1	ns ns S ns

aciers BTM, 0,0194% pour les aciers Thomas normaux). La variance résiduelle est, pour les coulées Thomas normales, nettement supérieure à la variance la mesure, ce qui semble indiquer l'existence d'interactions aléatoires coulée x position de prélèvement.

Azote (Tableaux LC, et LC,).

Les teneurs moyennes des aciers BTM à haut et bas Mn ne sont pas significativement différentes (moyennes d'ensemble 0,0059% en tête, 0,0037% en pied). Les teneurs moyennes des aciers Thomas normaux sont de 0,0110% en tête et 0,0072% en pied.

Soufre (Tableaux LC, et LC,).

La différence des teneurs moyennes de l'acier BTM à bas Mn (moyenne 0,0219%, valeurs extrèmes: 0,0097%-0,0300%) et à haut Mn (moyenne 0,0176%, valeurs extrèmes: 0,0142%-0,0235%) n'est pas significative. L'échantillon de coulées Thomas normales a une teneur moyenne un peu plus élevé (moyenne 0,0285, extrèmes:0,0195%-0,0367%). Pour les trois nuances, le dernier lingot a une teneur moyenne un peu plus élevée que les autres mais la différence n'est pas significative devant la variance entre coulées. La ségrégation entre les prélèvements de tête et pied est très importante: elle est significativement plus forte pour le BTM à bas Mn que pour le BTM à haut Mn. La teneur moyenne plus élevée des aciers Thomas normaux s'accompagne d'une ségrégation plus forte que pour les aciers BTM.

Indice d'impureté P + 5N.

Cet indice, souvent considéré par les sidérurgistes, est connu sous le nom d'indice de Stromeyer(1). Ses valeurs moyennes sont, en 0,001%:

	<u>tête</u>	pied
BTM bas Mn	62,88	34,26
BTM haut Mn	64,41	40,38
Thomas normal	102,80	64,50

Il est intéressant de noter que les prélèvements de pied des aciers Thomas normaux ont en moyenne même indice d'impureté que les prélèvements de tête des aciers Thomas BTM.

Oxygène (Tableau LC 11).

La teneur moyenne déterminée sur les prélèvements de tête est significativement plus élevée pour l'acier BTM à bas Mn (0,049%) que pour les aciers BTM à haut Mn et Thomas normal dont les teneurs sont voisines (0,031% et 0,032%). Il faut noter toutefois que la moyenne élevée des aciers BTM à bas Mn est due, en partie, à la présence de la coulée $T_1^{"}$ dont les résultats ont été répétés deux fois (estimation des données manquantes par suite de la suppression de la coulée $T_1^{"}$).

Dans l'ensemble, le soufflage à l'air enrichi en O_2 utilisé pour l'élaboration des aciers Thomas BTM ne semble pas augmenter nettement la teneur finale de cet élément dans le métal.

⁽¹⁾ Cf. STROMEYER - Iron Age 85 (1910), pp. 858-859.

4°) Azote (0,001%)

LC,

	1er g T	roupe P	2ème T	groupe P	3ème T	groupe P	Moyer T	nes P
BTM bas Mn	6,25	3,50	5,50	2,75	(6,75)	(4,00)	6,16	3,42
BTM haut Mn	5,37	3,75	5,52	4,00	6,25	4,00	5,75	3,91.

Source de variation	Somme de car ré s	DL	Carr é moyen	F	Signif.
Entre N " L N × L C intra N P N × P L × P Résiduelle	0,01 2,55 1,25 5,09 31,51 1,26 2,13 6,10	1 2 2 5 1 1 2 7	0,01 1,27 0,62 1,02 31,51 1,26 1,06 0,87	<1 1,25 <1 1,17 36,21 1,45 1,22	ns ns ns ns THS ns

 LC_8

	1er g	roupe	2ème	groupe	3ème	groupe	Moye	ennes
	T	P	T	P	T	P	T	P
Thomas normal	9,87	6,75	13, 12	8,75	10,12	6,25	11,03	7,25

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
Entre L C intra N P L x P Résiduelle	19,30 33,92 43,13 0,79 0,54	2 3 1 2 3	9,65 11,31 43,13 0,39 0,16	< 1 62,83 239,61 2,16	ns THS THS ns

5°) Soufre (0,001%)

 LC_9

	1er g T	roupe P	2ème T	groupe P	3ème T	groupe P	Moy T	ennes P
BTN bas l	28,25	10,00	24,50	9,00	(42,50)	(17,00)	3,75	12,00
BTN haut	21,75	11,00	23,75	11,00	24,75	13,50	23,41	11,83

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
$\begin{array}{ccc} \textbf{Entre N} & \textbf{''} & \textbf{L} \\ \textbf{N} \times \textbf{L} \\ \textbf{C intra N} & \textbf{P} \\ \textbf{N} \times \textbf{P} \\ \textbf{L} \times \textbf{P} \\ \textbf{Résiduelle} \end{array}$	108, 37 265, 56 133, 32 341, 75 1480, 16 92, 57 14, 65 96, 12	1 2 2 5 1 1 2 7	108,37 132,78 66,66 68,35 1480,16 92,57 7,37 13,73	1,58 1,94 <1 4,98 107,80 6,74 <1	ns ns ns S THS ns

LC_{10}

	ler g	groupe P	2ème T	groupe P	3ème T	groupe P	Moye T	nnes I P
Thomas normal	39,75	19,50	29,25	11,50	50,25	20,50	39,75	17,16

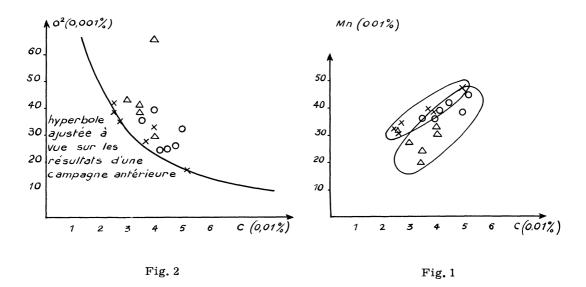
Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
Entre L C intra N P L x P Résiduelle	458,17 96,18 1530,02 80,18 8,68	2 3 1 2 3	229,09 32,06 1530,03 40,09 2,89	7,14 11,09 529,41 13,87	ns S THS S

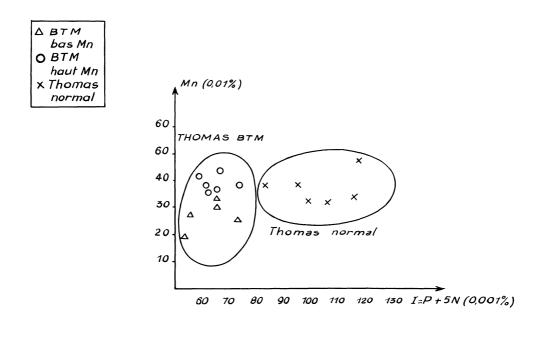
6°) Oxygène (en tête) en 0,001%

 LC_{11}

	1er groupe	2ème groupe	3ème groupe	Moyenne
BTM bas Mn	43,75	35,75	(67,00)	48,83
BTM haut Mn	30,50	32,50	29,50	30,83
Thomas normal	35,50	38, 75	22,75	32,33

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
Entre N " L N x L Résiduelle (entre coulées)	1197,23 55,31 1294,19 368,50	2 2 4 8	598,61 27,65 323,54 46,06	13,00 < 1 7,12	HS ns HS





D-LIAISONS ENTRE LES TENEURS DES DIVERS ELEMENTS.

Nous n'avons pas étudié en détail toutes les liaisons qui peuvent être observées entre les teneurs des divers éléments dans une même nuance et entre nu-

Fig. 3

ances mais il est intéressant d'examiner si les liaisons C-Mn et C- O_2 observées sur les aciers BTM d'une campagne précédente⁽¹⁾ se retrouvent sur les aciers de la présente campagne.

Liaison C%-Mn% (Fig. 1).

On peut considérer que la teneur en Mn est liée à la teneur en C de la même façon dans les aciers BTM à haut et bas Mn et cette liaison semble à peu près la même que celle observée antérieurement sur les aciers BTM déjà étudiés (en gros, le Mn croît de 0,20 à 0,45% quand le carbone croît de 0,030 à 0,055). Cette liaison semble différente pour l'acier Thomas normal.

Les rapports $\frac{Mn}{C}$ moyens sont :

pour le BTM bas Mn	8,4
pour le BTM haut Mn	9
pour le Thomas normal	10,8

Liaison $O_2 \%$ -C% (Fig. 2).

Les teneurs en carbone sont trop groupées pour qu'on puisse étudier cette liaison mais on peut noter que les aciers BTM étudiés ici ont, à teneurs en C égales, des teneurs en O_2 un peu plus élevées que celles des aciers BTM d'une campagne précédente(1).

Liaison Mn%-I% (Fig. 3).

Parailleurs, il est intéressant de noter qu'il n'y a pas de corrélation nette entre la teneur en Mn et l'indice d'impureté de Stromeyer I = P + 5N.

II. - GROSSEUR DU GRAIN

Nous n'avons pas effectué de dépouillement statistique des déterminations de la grosseur du grain. Un simple examen des résultats permet les constatations suivantes :

A) Grain Mac Quaid.

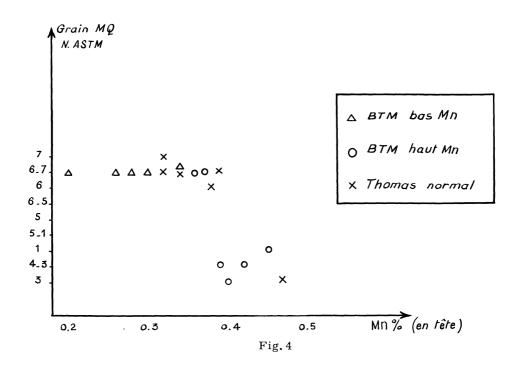
Le grain austénitique MQ semble dépendre de la teneur en Mn (Fig.4), jusque vers 0.39% de Mn, le grain MQ semble constant (N°6 à 7) puis, au-dessus de cette teneur, il devient beaucoup plus grossier (N°3 à 3-4). Notons que la coulée à bas Mn T''_4 que nous avons exclue parce qu'elle présentait une ségrégation anormale avait également un grain MQ très grossier (N°2).

B) Grain ferritique.

Le grain ferritique correspond aux N° 6-7 et 7 à l'état brut pour les 3 nuances. Il n'y a pas de différences nettes entre les groupes de laminage.

⁽¹⁾ R. BORIONE, F. MARATRAY, Y. MORILLON, H. GRANJON, J. P. VIDEAU: Etude comparative de coulées expérimentales d'aciers extra-doux effervescents Martin et Thomas BTM.

Soudage et techniques connexes - 10, N°7-8 (Juillet-Août 1956) pp. 191-203.



Dépouillement des résultats des essais mécaniques

I. - ESSAIS DE TRACTION

Les caractéristiques suivantes :

- Résistance à la traction	R kg/mm ²
- Limite élastique supérieure	E kg/mm ²
- Allongement à la rupture	A%
- Striction à la runture	S %

ont été déterminées à l'état brut de laminage et à l'état vieilli (4 heures à 100°) après écrouissage de 10% avec des éprouvettes de dimensions conformes à la norme AFNOR prélevées en travers sur les morceaux de largets pris en tête et enpied de chaque lingot. Les essais ont été effectués à la température ambiante (~ 20°C). L'influence du vieillissement a été chiffréepar "l'indice de vieillissement" V% = $\frac{P'-P}{P}$ × 100 où P est la charge atteinte à la fin du préallongement et P' la limite élastique supérieure après vieillissement. Nous avons également pris en considération la chute d'allongement due au vieillissement :

$$\Delta A = A_{\text{brut}} - (A_{\text{vieilli}} + 10)$$
 (en %)

Il faut noter que ce paramètre ne permet pas une évaluation absolument correcte de l'effet du vieillissement car les repères ent été gravés à la distance normale après le préallongement de sorte que, même s'il n'y avait pas de vieillissement, on n'aurait pas $\triangle A$ = 0. Nous pensons cependant que le biais (faible

car il ne porte que sur l'allongement réparti restant) est du même ordre de grandeur pour les diverses nuances et que les comparaisons entre nuances sont possibles.

Les valeurs de E,R et S% ont été rapportées à la section initiale avant toute déformation.

Les valeurs de A% et S% en tête de la coulée à bas Mn (T''_1) n'ont pu être déterminées, les ruptures s'étant produites près des repères. Rappelons que le prélèvement de tête de cette coulée se signale par une teneur en O_2 anormalement élevée (présence d'inclusions?).

A - ERREURS DE MESURES - DISPERSION ENTRE COULEES.

Les <u>écarts-types des mesures</u> ont pu être estimés directement puisqu'il y a eu deux essais sur chaque prélèvement. Comme les estimations obtenues pour les trois nuances ne sont pas significativement différentes, nous avons calculé des estimations uniques basées sur 34 degrés de liberté dans le cas de R et E et 32 degrés de liberté dans le cas de A et S (résultats manquants).

Les <u>écarts-types entre coulées</u> (moyenne de deux essais en tête et deux essais en pied) à l'état brut ont été calculés en éliminant l'influence présumée du groupe de laminage.

	moyer	types entre nes de 4 m tête + 2 en	Ecart-t la me	, -	
,	BTM bas Mn	I movenne de l			
R kg/mm² E kg/mm² A% S %	0,93 0,65 2,57 6,72	0,31 0,96 0,80 2,70	0,95 1,41 1,67 1,28	0,15 0,44 0,84 1,20	0,30 0,88 1,68 2,41

Tableau V

Lors d'un étude précédente des aciers BTM, on avait obtenu comme estimations de l'écart-type de la mesure (12 à 15 degrés de liberté).

Ces valeurs sont très voisines de celles figurant dans le tableau ci-dessus.

Les variances entre coulées ne semblent pas très homogènes pour les diverses nuances (les estimations sont basées sur 3 degrés de liberté pour le BTM haut Mn et le Thomas normal et 2 degrés de liberté pour l'acier BTM à bas Mn). surtout en ce qui concerne la striction.

B - DEPOUILLEMENT DES RESULTATS PAR L'ANALYSE DE VARIANCE (Tableaux LT $_{\rm 10}$).

Nous avons comparé, d'une part, les aciers BTM haut Mn et bas Mn (in-

fluence du Mn), d'autre part, les aciers BTM haut Mn et Thomas normaux (influence de P et N_2).

Le dépouillement a porté sur les moyennes des deux essais effectués sur chaque prélèvement, le modèle mathématique utilisé étant le modèle (M_{\circ}) exposé dans la troisième partie.

Ce modèle ne représente pas parfaitement les résultats puisque les variances entre coulées ne sont pas toujours très homogènes pour les diverses nuances : une telle hétérogénéité de la variance ne risque pas de fausser gravement les résultats des tests des effets N, L et N \times L (Cf. plus haut observations déjà faites à propos du dépouillement des analyses chimiques).

Signalons encore que les variances résiduelles (Rés C) sont toujours nettement supérieures à la variance de la mesure pour la moyenne de deux essais que l'on peut tirer des résultats du tableau V. Ceci doit s'expliquer par l'existence d'interactions aléatoires coulée x position de prélèvement (l'existence de telles interactions semble vraisemblable car la ségrégation peut varier d'une coulée à l'autre).

Ceci dit, nous pouvons tirer les conclusions suivantes des résultats des analyses de variances :

1) Résistance à la traction R kg/mm² (Tableaux LT₁ et LT₂).

La résistance à la traction est plus élevée de 2,2 kg/mm² pour l'acier Thomas normal que pour l'acier BTM à haut Mn. Elle semble également un peu plus élevée pour l'acier BTM à haut Mn que pour le BTM à bas Mn mais la différence estimée à 1 kg/mm² environ n'est pas significative. La différence entre tête et pied estimée à 2 kg/mm² en moyenne pour les trois nuances est très hautement significative. D'après ces résultats il semble que les facteurs les plus influents sur la résistance à la traction sont les teneurs en P et N₂ (dans le domaine de variation des teneurs exploré, bien entendu).

Le groupe de laminage n'a aucune influence significative, en particulier le groupe 1 (laminé vers 900°) a donné en moyenne des résultats équivalents à ceux des groupes 2 et 3 (laminés vers 930°).

2) Limite élastique supérieure (E kg/mm²) (Tableaux LT3 et LT4).

L'interprétation des résultats semble complexe, les aciers Thomas normaus ont une limite élastique supérieure plus élevée que les aciers BTM à haut Mn mais cette différence ne semble pas devoir être attribuée uniquement à l'influence de P et N_2 car on n'observe pas de différences notables entre les prélèvements de tête et de pied des aciers considérés.

La comparaison des résultats observés sur les prélèvements suivants :

Acier BTM à bas Mn prélèvement de tête Acier BTM à haut Mn prélèvement de tête Acier Thomas normaux prélèvement de pied.

qui ont en moyenne même indice d'impureté P+5 N_2 (0,0629 à 0,0645) semble suggérer l'existence d'une influence notable de la teneur en carbone: la limite élastique supérieure paraissant <u>diminuer</u> lorsque la teneur en carbone <u>croît</u>. Nous pensons, en effet, que les différences entre les teneurs en Mn ou entre les

Résistance à la traction (kg/mm²)

Etat brut en travers

 LT_1

	1er g	roupe P	2ème T	groupe P	3ème T	groupe P	moye T	enne P
BTM bas Mn	33,07	31,62	33, 42	30,97	(32, 35)	(31, 30)	32,94	31,29
BTM haut Mn	34,10	31,97	33, 32	31,52	34,67	32,30	34,03	31,95

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
Entre N " L N × L C intra N P N × P L × P Résiduelle	4,40 0,68 2,18 3,99 21,07 0,33 0,22 1,97	1 2 2 5 1 1 2 7	4,40 0,34 1,09 0,80 21,07 0,33 0,11 0,28	5,5 <1 1,36 2,86 75,25 1,18 <1	ns ns ns THS ns

LT_2

	1er g T	roupe P	2ème g T	groupe P	3ème T	groupe P	moye T	enne P
BTM haut Mn	34,10	31,97	33, 32	31,52	34,67	32,30	34,03	31,93
Thomas normal	35,45	34,25	35,80	34,17	37,40	34,37	36,21	34,23

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
Entre N " L N×L C intra N P N×P L×P Résiduelle	30,60 4,19 0,63 6,16 24,60 0,04 1,38 2,60	1 2 2 6 1 1 2 8	30,60 2,09 0,31 1,03 24,60 0,04 0,69 0,32	29,71 2,03 < 1 3,22 76,87 < 1 2,15	HS ns ns ns THS ns

Limite élastique (kg/mm²) Etat brut en travers

 LT_3

	1er g T	roupe P	2ème T	groupe P	3ème T	groupe P	moyo T	enne P
BTM bas Mn	22,47	24,30	21,75	23,75	(22, 15)	(20, 30)	22,12	22,78
BTM haut Mn	21,72	21,05	20,70	20,35	21,07	2 2,2 0	21,16	21,20

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
Entre N " L N × L C intra N P N × P L × P Résiduelle	9,83 4,18 8,61 7,30 0,69 0,55 1,54	1 2 2 5 1 1 2 7	9,83 2,09 4,30 1,46 0,69 0,55 0,77 2,17	6,73 1,43 2,94 < 1 < 1 < 1	ns ns ns ns ns

 $\mathbf{LT}_{\mathtt{4}}$

	1er g	roupe P	2ème T	groupe P	3ème g T	groupe P	moy T	enne P
BTM haut Mn	21,72	21,05	20,70	20,35	21,07	22,20	21,16	21,20
Thomas normal	22,60	23,52	23,55	21,70	24,67	23,52	23,60	22,91

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
Entre N " L $N \times L$ C intra N P $N \times P$ $L \times P$ Résiduelle	25,95 6,70 0,61 17,47 0,66 0,78 1,79 15,27	1 2 2 6 1 1 2 8	25,95 3,35 0,30 2,91 0,66 0,78 0,89 1,91	8,92 1,15 < 1 1,52 < 1 < 1 < 1	ns ns ns ns ns

températures de fin de laminage des prélèvements considérés doivent jouer plutôt en sens contraire des différences observées. Notons d'ailleurs que la comparaison des groupes de laminage ne met en évidence aucune influence de la température de fin de laminage tout au moins entre 900° et 330°.

3) Rapport
$$\frac{E}{R}$$

Les rapports $\frac{E}{R}$ moyens sont :

	Tête	Pied
BTM bas Mn	0,67	0,73
BTM haut Mn	0,62	0,66
Thomas normal	0,65	0,67

Les différences observées résultent des influences de C, Mn, P et N_2 sur E et R respectivement et l'interprétation des résultats est évidemment fort complexe.

4) Allongement A% et striction (S%) (Tableaux LT₅ à LT₈).

Les allongements sont, comme il était à prévoir, significativement plus faibles pour l'acier Thomas normal que pour l'acier BTM à haut Mn (influence de P et N_2). Pour ce dernier acier, les strictions sont plus faibles en pied qu'en tête, ce qui est inattendu. On n'a décelé aucune influence du niveau de Mn ni du groupe de laminage.

5) Indice de vieillissement V%. (Tableaux LT_9 et LT_{10}).

Deux résultats semblent à première vue surprenants : d'une part, l'indice de vieillissement est plus élevé en pied qu'en tête, d'autre part, il est plus élevé pour les aciers BTM que pour les aciers Thomas normaux. Autrement dit, les indices de vieillissement les plus élevées correspondent aux teneurs en azote les plus faibles. Certes, il s'agit là d'un indice conventionnel qui peut dépendre de beaucoup de facteurs qui n'ont rien à voir avec le phénomène physique du vieillissement (forme des courbes de traction notamment) mais il faut noter qu'on observe le même classement si on considère la chute d'allongement définie plus haut :

Pour les aciers BTM $$\Delta A \sim 7\%$$ en tête Pour les aciers Thomas normaux $\Delta A \sim 5\%$ en tête

Signalons encore que nous avons déjà observé ce même classement au cours d'études antérieures.

6) Conclusions de l'étude des essais de traction.

- L'acier Thomas normal présente une résistance à la traction plus élevée que l'acier Thomas BTM à même teneur en Mn, il a par contre un allongement à la rupture plus faible et l'indice de qualité conventionnel R + 2, 5 A est, en moyenne, un peu plus faible pour l'acier Thomas normal (115, 14) que pour l'acier BTM à haut Mn (118, 41). Ceci s'explique bien par l'influence des teneurs en phosphore et en azote. Par contre, il est étonnant de constater que l'acier Thomas normal semble vieillir moins que l'acier Thomas BTM.
- Une augmentation de la teneur en Mn (et en carbone, puisque ces éléments sont liés) semble relever un peu la résistance à la traction mais la limite élastique supérieure est abaissée. Il semble que de petites variations de la teneur en

Allongements (en %)

Etat brut en travers

 LT_5

		1er groupe T P		2ème groupe T P		moyenne T P	
1	BTM pas Mn	33,87	36,17	33, 37	39,00	33,62	37,58
	BTM aut Mn	33,25	35, 37	3 4,2 5	33,62	33,75	34,49

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
Entre N " L $N \times L$ C intra N P $N \times P$ $L \times P$ Résiduelle	8,79 0,64 2,35 30,13 22,23 10,30 0,05 38,46	1 1 4 1 1 1 5	8,79 0,64 2,35 7,53 22,23 10,30 0,05 7,07	1,16 < 1 < 1 < 1 2,89 1,33 < 1	ns ns ns ns ns

 LT_6

_		1er g T	roupe P	2ème g T	groupe P	3ème T	groupe P	moy T	enne P
L	BTM haut Mn	33,25	35, 37	34,25	33,62	35,25	33,67	34,25	34,22
	Thomas normal	32,00	29,92	32,50	33,00	30,25	34, 12	31,58	32,34

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
Entre N " L N×L C intra N P N×P L×P Résiduelle	30,93 2,58 4,68 20,97 0,81 0,95 1,84 53,96	1 2 2 6 1 1 2 8	30,93 1,29 2,34 3,49 0,81 0,95 0,92 6,74	8,86 <1 <1 <1 <1 <1 <1 <1 <1	ns ns ns ns ns

Striction (en %)

Etat brut en travers

LT,

	1er groupe T P		2ème T	groupe P	moyenne T P	
BTM bas Mn	62,75	63,40	61,87	67,15	62,31	65,27
BTM haut Mn	63,25	58,30	63,37	60,72	63,31	59,51

Source de variation	Somme de carr é s	DL	Carré moyen	F	Signif.
Entre N " L N × L C intra N P N × P L × P Résiduelle	22,71 7,38 0,01 13,00 0,73 45,70 11,96 41,33	1 1 4 1 1 1 5	22,71 7,38 0,01 53,25 0,73 45,70 11,96 8,27	< 1 < 1 < 1 6,44 < 1 5,52 1,44	ns ns ns ns ns

 LT_8

	ler gr T	roupe P	2ème g T	groupe P	3ème g T	roupe P	moye T	enne P
BTM bas Mn	63,25	58,30	63,37	60,72	60,50	59,82	62,37	59,61
Thomas normal	59,00	62,37	58,00	62,80	57,25	62,3 2	58,08	62,49

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
Entre N	3,05	1	3,05	< 1	ns
" L	6,41	2	3,20	< 1	ns
$N \times L$	2,69	2	1,34	< 1	ns
C intra N	53,64	6	8,94	3,95	ns
P	4,20	1	4,20	1,86	ns
$N \times P$	77,14	1	77,14	34,13	HS
LxP	9,03	2	4,51	2,00	ns
Résiduelle	18,10	8	2,26		

Indice de vieillissement en %

 LT_9

	1er g T	roupe P	2ème groupe T P		3ème groupe T P		moyenne T P	
BTM bas Mn	16,50	17,90	15,80	18,77	(15,80)	(16, 45)	16,03	17,70
BTM haut Mn	15, 12	16,42	15,05	15,67	14,70	17,42	14,95	16,50

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
Entre N " L N×L C intra N P N×P L×P Résiduelle	7,14 0,62 4,34 3,57 14,98 0,64 0,22	1 2 2 5 1 1 2 7	7,14 0,31 2,17 0,71 14,98 0,64 0,11 1,86	10,05 <1 3,05 <1 8,05 <1 <1 <1	ns ns ns S ns

 LT_{10}

	1er g T	roupe P	2ème groupe T P		3ème groupe T P		moyenne T P	
BTM haut Mn	15, 12	16,42	15,05	15,67	14,70	17,42	14,95	16,50
Thomas normal	13,67	16,30	13,37	13,97	12,25	13,40	13,09	14,55

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
Entre N " L $N \times L$ C intra N P $N \times P$ $L \times P$ Résiduelle	21,75 4,35 6,13 22,89 13,57 0,03 2,38 24,87	1 2 2 6 1 1 2 8	21,75 2,17 3,06 3,81 13,57 0,03 1,19 3,11	7,0 < 1 < 1 1,22 4,36 < 1 < 1	ns ns ns ns ns

carbone entre 0,03% et 0,04% aient une influence nette sur la limite élastique supérieure.

- Le groupe de laminage et, par conséquent, la température de fin de laminage entre 900 et 930° n'a pas d'influence visible sur les caractéristiques de traction à température ambiante des aciers étudiés.

Bien entendu, ces conclusions ne sauraient être généralisées à d'autres états du métal que celui étudié, caractérisé, rappelons-le, par un <u>refroidissement lent après le laminage.</u>

II. – ESSAIS DES RÉSILIENCE U.F.

La température de transition $UF^{(1)}$ a été déterminée sur les prélèvements de tête aux états suivants du métal :

- Etat brut de laminage sens travers et sens long,
- Etat vieilli (maintien pendant 4 heures à 100° après écrouissage de de 10%) sens travers.
- Etat normalisé (maintien à 925° suivi d'un refroidissement à l'air) Sens travers,
- Etat trempé à l'eau (maintien à 925° suivi d'un refroidissement à l'eau) Sens travers.

Les deux derniers traitements ont été effectués sur les éprouvettes même protégées de l'oxydation par un moufle métallique. Des mesures ont montré que dans le cas du refroidissement à l'air, la vitesse de refroidissement à l'intérieur du moufle était voisine de celle correspondant à la normalisation sur largets.

Les éprouvettes ont été prélevées après rabotage de 1 mm sur chaque face, l'entaille étant perpendiculaire au plan du larget. Les résiliences mesurées caractérisent donc le métal au cœur des largets.

Les éprouvettes ont été prélevées contiguës dans une zone centrée sur l'axe du larget, la longueur totale du morceau de larget utilisé représente environ 1 m.

La température de transition a été définie par la condition : "50% de résiliences > 3 kgm/cm²". Les méthodes d'estimation de cette température sont décrites en annexe (Annexe II).

A - ECARTS-TYPES ENTRE COULEES - ERREURS RESIDUELLES.

Les écarts-types entre coulées figurant dans le tableau V ci-dessous ont été calculés en éliminant l'influence présumée du groupe de laminage.

Par ailleurs, les analyses de variance effectuées dont nous examinerons

⁽¹⁾ L'essai résilience consiste à rompre par le choc d'un mouton-pendule une éprouvette entaillée d'un type bien déterminé; en France, on utilise l'éprouvette Unifiée Française (UF). La température de transition repère la température au-dessous de laquelle les ruptures deviennent fragiles (faible absorption d'énergie) dans les conditions de l'essai. Un acier est d'autant meilleur que sa température de transition est plus basse.

les résultats en détail plus loin conduisent à des écarts-types résiduels qui donnent une idée de la précision de la mesure.

En fait, nous pensons que ces écarts-types sont trop élevés dans le cas de l'état brut (existence d'interactions aléatoires coulée x sens de prélèvement).

Tableau VI

	1	Ecarts-type entre coulée		Ecarts-types résiduels		
	BTM bas Mn	BTM haut Mn	moyenne de 2 mesures	Pour 1 mesure		
Etat brut pour les moyennes des essais en long et en travers.	4,5°	2, 5°	7,2°	2,3°	3 ,2 °	
Etats traités pour les moyennes des essais après refroidissement à l'air et à l'eau.	5,7°	3,7°	11,5°	2,6°	3,6°	

La dispersion entre coulées semble assez nettement plus forte pour l'acier Thomas normal que pour l'acier BTM; néanmoins, nous utiliserons des estimations uniques.

B - DEPOUILLEMENT PAR L'ANALYSE DE VARIANCE (Tableaux LR, à LR₆).

Le modèle utilisé est le modèle (M_{\circ}) décrit dans la troisième partie, le facteur A caractérisant, soit le sens de prélèvement (LR_{1} et LR_{2}), soit le vieillissement (LR_{3} et LR_{4}), soit la vitesse de refroidissement après austénitisation (LR_{5} et LR_{6}).

1) Résultats à l'état brut sens long et travers.

a) Comparaison des aciers BTM à haut Mn et bas Mn (Tableau LR₁) L'influence du facteur "nuance" (c'est-à-dire, des teneurs en Mn et C) est hautement significative en moyenne mais cet effet s'accompagne d'une interaction "nuance x groupe de laminage". L'examen des moyennes montre que les résultats du groupe 1 (laminé vers 900°) sont identiques pour les deux nuances alors que les températures de transition des groupes 2 et 3 (laminés vers 930°) sont nettement plus basses pour le bas Mn.

Le sens de prélèvement a une influence significative, les températures de transition étant plus basses en long qu'en travers⁽¹⁾.

⁽¹⁾ Il faut toutefois remarquer que lorsqu'on observe une distribution bimodale des résiliences, le centre du "trou" se trouve plutôt vers 4 à 5 kgm/cm² pour les essais en long au lieu de 3 kgm/cm² pour les essais en travers de sorte qu'on peut se demander s'il est bien correct de comparer des températures de transition en travers et en long définies d'après le même niveau de résilience.

ESSAIS DE RESILIENCE

(Température de transition °C)

Etat brut

 LR_1

	ler g T	roupe 2ème groupe L T L		3ème groupe T L		moyennes T L		
BTM bas Mn	-12,5	-16,5	-11,5	-17,5	(-15)	(-25)	-13,00	-19,66
BTM haut Mn	-12,5	-18,5	- 6,5	- 7,5	0	-1,5	- 6,33	- 9,16

T : essais en travers

L : essais en long.

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carr é moyen	F	Signif.
Entre N " L $N \times L$ C intra N S $N \times S$ $L \times S$ Résiduelle	442,5 106,1 413,1 119,2 135,8 21,5 4,8 90,3	1 2 2 5 1 1 2 7	442,5 53,0 206,5 23,8 135,8 21,5 2,4 12,9	18,55 2,22 8,66 1,85 10,53 1,67 < 1	HS ns ns s ns

S : sens de prélèvement.

 LR_2

	ler g T	roupe L	2ème groupe T L		3ème groupe T L		moyennes T L	
BTM haut Mn	-12,5	-18,5	- 6,5	- 7,5	0	-1,5	- 6,33	- 9,16
Thomas normal	- 2,5	- 6	+15	+12,5	+16	+4	+ 9,50	+ 3,50

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
Entre N " L N×L C intra N S N× S L× S Résiduelle	1218,4 1033,0 127,0 339,8 117,0 15,0 34,7 72,7	1 2 2 6 1 1 2 8	1218, 4 516, 5 63, 5 56, 6 117, 0 15, 0 17, 3 9, 1	21,51 9,12 1,12 6,30 13,00 1,67 1,92	HS ns S HS ns

ESSAIS DE RESILIENCE

(Températures de transition UF en °C)

Etats brut et vieilli

 LR_3

	1er g T	roupe P	2ème groupe T P		3ème groupe T P		moyennes T P	
BTM bas Mn	-12,5	+17,5	-11,5	+20,5	(-15)	(+20)	-13,00	+19,33
BTM haut Mn	-12,5	+26	- 6,5	+36	0	+32,5	- 6,33	+28,16

T: Essais à l'état brut en travers

V : Essais à l'état vieilli en travers.

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
Entre N " L N × L C intra N E N × E L × E Résiduelle	360,4 290,4 228,9 249,7 6700 7,1 64,3 164,0	1 2 2 5 1 2 7	360,4 145,20 114,47 49,95 6700,00 7,1 32,17 23,43	7,21 2,90 2,29 2,13 286 <1	ns ns ns THS ns

E : état du métal.

 $LR_{_{\psi}}$

	1er g T	roupe V	2ème groupe T V		3ème groupe T V		moyenne T V	
BTM haut Mn	-12,5	+16,	- 6,5	+36	0	+32,5	- 6,33	+28,16
Thomas normal	- 2,5	+18,5	+15	+40	+16	+36	+ 9,50	+31,50

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
$\begin{array}{ccc} \textbf{Entre N} & & \\ & & \text{L} \\ & & \text{N} \times \textbf{L} \\ \textbf{C intra N} & & \\ & & \text{E} \\ & & \text{N} \times \textbf{E} \\ & & \text{L} \times \textbf{E} \\ \textbf{Résiduelle} \end{array}$	551,0 1408,3 42,3 374,7 4788,4 234,4 93,0 152,7	1 1 2 6 1 1 2 8	551,0 704,2 21,1 62,5 4788,4 234,4 46,5 19,1	8,82 11,27 <1 3,27 250,83 12,27 2,43	HS ns ns THS HS

b) Comparaison des aciers BTM à haut Mn et Thomas normaux. (Tableau LR₂).

L'influence du facteur nuance est hautement significative. Nous pensons que cette influence doit être attribuée aux teneurs en P et $\rm N_2$ et que les petites différences de C et S ne sauraient avoir une influence importante sur le paramètre considéré. D'autre part, le groupe de laminage a également une influence significative. L'examen des moyennes montre que les résultats du groupe 1 (laminage vers 900°) sont nettement plus bas que ceux des groupes 2 et 3 (laminés vers 930°). La différence entre le groupe 1, d'une part, et les groupes 2 et 3, d'autre part, est à peu près la même pour les deux nuances (10° pour l'acier BTM haut Mn, 15° pour l'acier Thomas normal).

L'influence du sens de prélèvement n'est pas significativement différente pour les deux nuances.

c) Conclusions de l'examen des résultats à l'état brut.

Pour les aciers BTM haut Mn et Thomas normaux qui ont des teneurs en manganèse voisines, on observe une nette différence entre le groupe 1 et les groupes 2 et 3⁽¹⁾. Etant donné qu'il n'y a pas de différences chimiques entre ces groupes, nous pensons qu'il s'agit d'une influence de <u>la température de fin de laminage</u>. (Les résultats des mêmes coulées laminées en d'autres produits ont d'ailleurs confirmé cette hypothèse).

Par contre, les résultats des coulées à bas Mn ne sont pas différents pour les 3 groupes de laminage, ce qui semble montrer que la teneur en Mn influe sur la sensibilité du métal à la température de laminage.

2) Etude du vieillissement (Tableaux LR, et LR,).

Les températures de transition sont nettement plus élevées à l'état vieilli qu'à l'état brut et la différence ΔT = $(T_t)_{\text{vieilli}}$ - $(T_t)_{\text{brut}}$ peut caractériser la susceptibilité de l'acier au vieillissement (remarquons, toutefois, qu'il peut y avoir une influence propre de l'écrouissage). Cette différence ΔT est la même pour les aciers BTM à bas Mn (ΔT = 32°) et à haut Mn (ΔT = 34°) mais elle est significativement plus faible pour les aciers Thomas normaux (ΔT = 22°). On retrouve donc le résultat inattendu déjà observé pour les essais de traction : les aciers Thomas normaux semblent vieillir moins que les aciers Thomas BTM . La température de laminage ne semble pas avoir d'influence sur le vieillissement (pas d'interaction L × E).

3) Résultats aux états traités (Tableaux LR, et LR,).

Le groupe de laminage n'a plus d'influence significative pour aucune des nuances et il semble bien que l'influence de la température de fin de laminage a été complètement effacée par l'austénitisation effectuée. On ne trouve aucune influence du niveau de Mn; par contre, la différence entre les aciers BTM et Thomas normaux est significative. L'influence de la vitesse de refroidissement est significative à 1% et on peut admettre que cette influence est la même pour les diverses nuances et les divers groupes de laminage.

⁽¹⁾ Signalons que des essais Kinzel effectués par l'Institut de Soudure semblent montrer que les températures de transition Kinzel à l'état non soudé sont également nettement plus basses pour le groupe 1 que pour les groupes 2 et 3.

ESSAIS DE RESILIENCE

(Températures de transition UF en °C)

Etats traités

 LR_5

	1er groupe 2ème g		groupe E	3ème groupe A E		moyennes A E		
BTM bas Mn	-13,0	-15,0	-10,5	-18,0	(-17,0)	(-32,0)	-13,50	-21,66
BTM haut Mn	-13,0	-20,0	-12,0	-22,5	-13,0	-25,0	-12,66	-22,50

A : refroidissement à l'air E : refroidissement à l'eau.

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carré moyen	F	Signif.
$\begin{array}{ccc} \textbf{Entre N} & \textbf{''} & \textbf{L} \\ \textbf{N} \times \textbf{L} \\ \textbf{C intra N} & \textbf{E} \\ \textbf{N} \times \textbf{E} \\ \textbf{L} \times \textbf{E} \\ \textbf{Résiduelle} \end{array}$	0,00 209,35 91,00 214,50 486,01 4,17 80,99 83,83	1 2 2 5 1 1 2 7	0,00 104,67 45,50 42,90 486,01 4,17 40,49 11,97	< 1 2,44 1,06 3,58 40,60 < 1 3,38	ns ns ns THS ns

 LR_6

	1er groupe A E		2ème groupe A E		3ème groupe A E		moyenne A E	
BTM haut Mn	-13,0	-20,0	-12,0	-22,5	-13,0	-25,0	-12,66	-22,50
Thomas normal	+ 2,0	-6,25	+4,25	+ 1,5	- 0,5	-10,75	+ 2,00	- 5,16

Source de variation	Somme de carrés	DL	Carr é moyen	F	Signif.
Entre N '' L N × L C intra N E N × E L × E Résiduelle	1536,00 108,52 55,19 886,13 433,50 10,67 21,44 114,89	1 2 2 6 1 1 2 8	1536,00 54,26 27,59 147,69 433,50 10,67 10,72 14,36	10,4 <1 <1 10,28 30,19 <1 <1	ns ns HS THS ns ns

C - DEPOUILLEMENT PAR L'ANALYSE DE COVARIANCE.

1) Etat brut.

Nous nous sommes limités à l'étude des résultats en travers par rapport auxquels les résultats en long sont simplement décalés.

L'analyse de la variance a montré que la moyenne des températures de transition des aciers Thomas normaux était significativement plus élevée que celle des aciers BTM à haut Mn et nous avons admis que cette différence devait être attribuée à la différence des teneurs en P et N_2 de ces nuances. Nous allons maintenant rechercher, par une analyse plus fine, à relier les températures de transition individuelles des coulées à leurs teneurs en P et en N_2 . En première approximation, nous admettrons que l'influence de ces éléments est linéaire et nous sommes donc conduit à étudier la regression de T_t sur les teneurs en P et N_2 (1).

Dans cette étude, nous laisserons de côté, pour l'instant, les résultats des coulées BTM à bas Mn qui doivent être traités à part puisque la température de fin de laminage ne semble pas avoir pour ces aciers la même influence que pour les autres nuances.

Par ailleurs, nous devrions a priori séparer les résultats en 4 classes :

Thomas	BTM	à h	aut	Mn	laminés	à	900°
11	11		11	11	11		930°
Thomas	norm	aux	:		11		900°
11	11				11		930°

mais si nous procédions ainsi, nous aurions dans certaines classes un nombre de résultats insuffisant pour permettre l'étude de la regression. Nous avons donc scindé les résultats en 2 classes seulement :

Classe 1 : coulées BTM haut Mn et Thomas normal laminées à 900° (4 coulées).

Classe 2 : coulées BTM haut Mn et Thomas normal laminées à 930° (8 coulées).

Nous admettons donc par hypothèse que la différence entre les deux nuances considérées provient <u>uniquement</u> de la différence de leurs teneurs en P et N_2 , les autres différences, observées notamment sur les teneurs en C et S ayant des influences négligeables. Nous verrons que cette hypothèse semble a posteriori très admissible (Cf. Fig. 5).

Finalement, nous avons donc conduit les calculs de la façon suivante :

⁽¹⁾ En toute rigueur, il faudrait distinguer deux problèmes différents: celui de l'estimation de Tt à partir de P et N2 mesurés, qui se résout par l'étude de la régression de Tt sur P et N2 et celui de la recherche de la liaison physique existante entre les vraies valeurs de Tt, d'une part, et celles de P et N, d'autre part; ce problème de la recherche de la liaison entre mesures entachées d'erreurs est fort complexe. Etant donné que les erreurs de mesures de P et N2 sont faibles devant l'amplitude de variation de ces facteurs, nous admettrons que la régression de Tt sur P et N2 correspond bien à la liaison physique entre les paramètres considérés.

Hypothèse la plus générale. Cette hypothèse correspond au modèle :

(M₁)
$$(T_t)_j = \alpha_j + \beta_j \quad P\% + \gamma_j \quad N_2\% + \epsilon$$

$$\epsilon = N(0, \sigma^2) \qquad \qquad \sigma^2 \text{ indépendant de i.}$$

L'indice j repère la température de fin de laminage.

Classe 1: aciers laminés vers
$$900^{\circ}$$
 j = 1
Classe 2: " " 930° j = 2

Ce modèle revient à supposer deux plans de regression de T_t sur P et N_2 distincts pour les deux températures de fin de laminage avec une même dispersion résiduelle. On notera que les variances résiduelles observées pour les deux groupes de laminage semblent très différentes (leur rapport est égal à 570); pourtant elles ne sont pas significativement différentes, la limite admissible pour ce rapport au risque 5% (test bilatéral) étant 937.

Les estimations b_j et c_j des β_j et γ_j par la méthode des moindres carrés sont indiquées dans les colonnes (1) et (2) du tableau LR,.

Notons que les estimations b_1 et c_1 sont très imprécises et qu'on ne peut tirer aucune conclusion du fait que le rapport $\frac{b_1}{c_1}$ semble très différent de $\frac{b_2}{c_2}$.

La somme des carrés résiduelle (Q) $_{\rm M_1}$ (colonne 3) est basée sur 6 degrés de liberté.

Nous allons maintenant considérer des modèles plus restrictifs qui se déduisent du modèle (M_1) en y ajoutant successivement diverses sous-hypothèses.

a) Plans de regression parallèles. Si nous supposons les plans de regression parallèles, le modèle devient :

$$(M_2) = (M_1) + \begin{cases} \beta_1 = \beta_2 = \beta = (M_1) + (P) \\ \gamma_1 = \gamma_2 = \gamma \end{cases}$$

Les estimations b et c de β et γ dans le modèle (M₂) sont indiquées colonne (4). La somme des carrés résiduelle (Q)_{M2} est alors basée sur 8 degrés de liberté et la méthode générale exposée dans l'annexe I conduit à tester le modèle (M₂) contre le modèle (M₁) en formant le rapport :

$$\frac{(Q)_{M_2} - (Q)_{M_1}}{8 - 6} : \frac{(Q)_{M_1}}{6}$$

La comparaison de ce rapport à $(F_6^2)_{0,05}$ montre que la sous-hypothèse (P) est admissible et que l'on peut donc représenter convenablement les résultats par deux plans parallèles.

b) Association des variables P et N₂.

On admet souvent que les teneurs en P et N_2 agissent sur les caractéristiques mécaniques par l'intermédiaire de l'indice d'impureté de Stromeyer $I=P+5N_2$.

ESSAIS DE RESILIENCE

Regression de la température de transition UF $(T_{\rm t}$) à l'état brut en travers sur les teneurs en P et N_2

Tableau LR_7

Analyse de la covariance (Cf. fig.4)

Hypothèses faites Equ	Plans distincts pour les groupes 1, Plans parallèles pour les d'une part, 2 et 3 d'autre part, 2 et Equation de regression : Equation de regression : $ \begin{array}{ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	s groupes 1, re part.	Plans parallèles pour les groupes 1 d'une part, 2 et 3 d'autre part, Equation de regression: (T.), = a', + bP + cN ₂	thes pour les the part, 2 et t. egression: $\frac{1}{100}$ $\frac{1}{100}$ $\frac{1}{100}$ $\frac{1}{100}$	Intervention de P et N, p l'intermédiaire de I = P + 5 N, Equation de regression : (T,) = a'' + b'I	Intervention de P et N, par l'intermédiaire de I = P + 5 N, Equation de regression : $(T_1)_1 = a_1' + b I$	Droites de regression de Taur I confondues pour les groupes 1, 2, 3. Equation de regression (T_t) = a" + b"I	fondues pour 1, 2, 3. regression	
Groupe 1 j = 1	~ 	Ensemble		Test de pa- rallélisme(*)		Test de la va- lidité de l'as- sociation de P et N ₂		Test de la confusion(**)	Test de la Test de signification confusion(**) de la regression de T, sur I
(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(9)	(7)	(8)	(6)	(10)
Coefficients de regression $b_1 = 0,0568$ (P et N_2 en $0,001\%$) $c_1 = 0,0568$	0568 b ₂ = 0, 4361		b = 0, 4122 c = 2, 3099		b' = 0, 4292		b" = 0,4666		
s moyen- iles	e ~		1045,88 10		1045, 88 10 993, 23 1		1540,93 11 1206,20 1		
Due a la regression Résiduelle	1 28,47	5 28,48 6	40,37 8		52,65 9		334,73 10		
庄				$F_6^2 = 1,25$		$\mathbf{F}_8^1 = 2,24$		$F_9^1 = 48,21$	$F_9^1 = 169,00$
Signification				su		su		THS	THS
Variance résiduelle					5,85				

(* *) Influence de la température de fin de laminage. (*) Influence de P et N_2 indépendante de la température de fin de laminage.

Tableau LR_s

Regression de T_t à l'état trempé à l'eau sur I = P + 5N en 0,001% et Mn en 0,01% Analyse de la covariance (Cf.fig.7)

					·				-	
		(8)	Test de signification de Mn en plus de I					$\mathbf{F}_{14}^{1} = 12,02$	HS	
sur	dne			000	16	-	15			
Regression sur I seulement $T_t = a + bI$	Droite unique	(7)		b' = 0, 4130	2108,76	1263,08	845,68			
	snpuo	(9)	Test de la confusion					F ⁶ = 1,15	su	
	conf			ى 2	16	8	14			
Regression sur I et Mn. $T_{t} = a + bI + cMn$	Plans confondus	(5)		0, 4818 - 0, 7515	2108,76	1653, 70	455, 06			32,50
8			ole			9	∞			
dn. T	ances	(4)	Ensemble			845,87	244, 10			30,51
et 1	nu s		ias ial	86 13	5	7	က			
ion sur I	Plans distincts pour les trois nuances	(3)	Thomas normal	0,6786 -1,3313	631,75	598,08	35, 19			
essi	pour		M Mn	05 55	2	2	3			
Regr	istincts ₁	(2)	BTM haut Mn	0,1105 -1,3555	125, 00	85,38	39,62			
	ns di		1 An	33	4	8	2			
	Plaı	(1)	BTM bas Mn	0,6133 -1,3467	331,70	162,41	169,29			
Hypothèses faites				Coefficients de regression {b (I en 0,001%, Mn en 0,01%) {c	Autour des moyen- nes générales	Due à la regression	Résiduelle	Ŧ	Signification	Variance résiduelle
Hypot				Coefficients (I en 0,001%,	Sommes de carrés et	degrés de liberté				

Nous pouvons donc songer à réduire le nombre de variables indépendantes en introduisant cet indice, mais encore faut-il vérifier qu'une telle association des teneurs en P et N_2 est légitime dans le cas présent. Nous avons donc comparé au modèle (M_2) le modèle plus restrictif :

$$(M_3) = (M_2) + (\gamma = 5\beta)$$

La variance résiduelle est alors basée sur 9 degrés de liberté et nous pouvons tester le modèle (M_3) contre le modèle (M_2) en formant le rapport :

$$\frac{(Q)_{M_3} - (Q)_{M_2}}{Q - 8} : \frac{(Q)_{M_2}}{8}$$

Les résultats (colonne 7) montrent que la sous-hypothèse γ = $5\,\beta$ est admissible, on peut donc remplacer les 2 plans de regression de T_t sur P et N_2 parallèles par 2 droites de regression de T_t sur I parallèles .

c) Influence de la température de fin de laminage.

L'hypothèse nulle (pas d'influence de la température de fin de laminage) se traduit par le modèle :

$$(M_4) = (M_3) + (\alpha_1 = \alpha_2 = \alpha)$$

qui correspond à une droite de regression unique pour l'ensemble des résultats de tous les groupes.

Nous testerons donc cette hypothèse [test de (M_4) contre (M_3)] en formant le rapport :

$$\frac{(Q)_{M_4} - (Q)_{M_3}}{10 - 9} : \frac{(Q)_{M_3}}{9}$$

Cette hypothèse nulle doit être rejetée au risque 1% (Tableau LR, colonne 9). On conclura donc à l'influence de la température de fin de laminage, ce qui confirme bien les résultats de l'analyse de variance.

d) Signification de l'influence de P et N₂.
 Equations de regressions finalement adoptées.

Nous testerons l'influence de P et N_2 dans le modèle le plus restrictif admissible, c'est-à-dire, dans le modèle (M_3) (Test de la sous-hypothèse β = 0). On trouve que l'influence de l'indice d'impureté I = P + $5N_2$ est significative à 1%000 de sorte que nous sommes finalement conduit à représenter les résultats par les deux droites parallèles (Fig. 5) d'équation :

 $T_t = -30,9^{\circ} + 0,43 \text{ I pour les aciers laminés vers } 930^{\circ}$

T_t = -41,3° + 0,43 I pour les aciers laminés vers 900°

I étant exprimé en 0,001%.

L'influence de la température de fin de laminage peut donc être évaluée à environ 10° entre 900° et 930° et l'influence de l'indice d'impureté à 4 ou 5° par 0,010% de I.

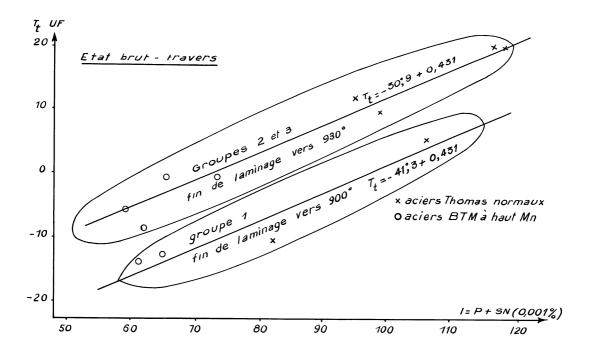


Fig. 5

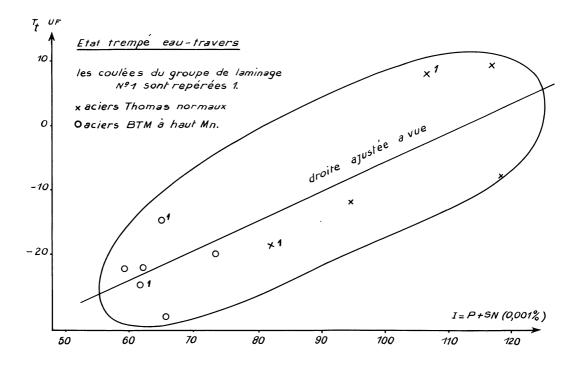


Fig. 6

La variance résiduelle correspond à un écart-type de 2,41, ce qui semble de l'ordre de grandeur de l'écart-type de la mesure. Toutefois, nous verrons plus loin (Fig. 7) qu'il semble y avoir, en plus de l'influence de I%, une légère influence de la teneur en Mn%. L'influence de P et N_2 explique que la dispersion des températures de transition des coulées Thomas normales soit plus grande que celle des coulées Thomas BTM (Cf. Tableaux VI et IV).

Remarque.

Les résultats des tests des diverses sous-hypothèses peuvent dépendre de <u>l'ordre</u> dans lequel ces tests sont effectués. Supposons, par exemple, que nous ayons testé l'influence de la température de fin de laminage avant la validité de l'association de P et $\rm N_2$ sous la forme P + $\rm 5N_2$. Nous avions alors à tester le modèle :

$$(\mathbf{M'}_3) = (\mathbf{M}_2) + (\alpha_1 = \alpha_2 = \alpha)$$

contre le modèle (M_2) ce qui conduit à des calculs différents de ceux qui ont été effectués et qui peuvent éventuellement aboutir à des conclusions différentes (ce n'est toutefois pas le cas dans le présent problème). De même, le test de l'influence de I^{σ_0} n'est pas le même suivant que l'on a admis ou non auparavant le parallélisme des droites de regression pour les deux classes etc.

Il est donc nécessaire de <u>choisir</u> l'ordre dans lequel les diverses hypothèses sont testées. Rappelons qu'on évite cet inconvénient en construisant des plans <u>orthogonaux</u> par rapport aux hypothèses à tester. Ceci suppose qu'on puisse fixer aux variables indépendantes, sinon des valeurs imposées, du moins des classes dans lesquelles ces valeurs doivent se trouver, l'influence des variations intraclasses entrant dans la variance résiduelle (ici, variance entre coulées intranuance). L'effet "nuance" que nous avions introduit dans le plan d'essai correspond en fait à de telles classes pour l'indice d'impureté. En prenant en considération les résultats individuels des coulées, nous avons certes augmenté considérablement l'efficacité des tests mais nous avons perdu le bénéfice de l'orthogonalité.

2) Etat trempé à l'eau.

Dans l'étude des résultats des essais effectués après traitements thermiques, nous n'avons dépouillé par l'analyse de covariance que les résultats de l'état trempé à l'eau.

Sur la figure 6, nous avons porté, en fonction de l'indice d'impureté I, les températures de transition, à l'état trempé à l'eau, des coulées BTM à haut Mn et Thomas précédemment étudiées. Cette figure permet les constatations suivantes:

- L'influence de I semble à peu près la même que celle observée à l'état brut.
- L'influence de la température de fin de laminage semble avoir disparu. Cette conclusion, tout à fait prévisible avait déjà été mise en évidence par les analyses de variance.
- Enfin, la dispersion autour de la droite de regression ajustée à vue est beaucoup plus grande qu'à l'état brut et un examen des résultats montre que les écarts à cette droite semblent se relier aux teneurs en Mn (Rappelons qu'il n'y a pas de corrélation nette entre I% et Mn% (Fig. 3)).

Nous sommes donc conduits à étudier la regression de $T_{\rm t}$ sur I% et Mn%.

Les résultats de cette étude figurent dans le tableau LR,

L'hypothèse la plus générale correspond à un plan de regression distinct pour chaque nuance (Nous pouvons réintroduire les coulées BTM à bas Mn puisque l'influence du laminage, dont l'interaction avec le niveau de Mn était gênante, a disparu).

Nous avons recherché en appliquant la méthode générale du test d'une soushypothèse s'il était légitime de considérer les plans de regression correspondant aux trois nuances comme confondus. On trouve (colonne 6) que cette sous-hypothèse est admissible et on est conduit à représenter l'ensemble des résultats par un unique plan de regression d'équation :

$$T_{+} = -26, 3^{\circ} + 0,48 \text{ I} - 0,75 \text{ Mn}$$
 I en 0,001%, Mn en 0,01%

L'influence de Mn en plus de I est significative à 1%.

Il semble à première vue que ce résultat est en contradiction avec celui de l'analyse de variance LR_5 qui n'a montré aucune influence du niveau de Mn. Nous verrons plus loin les raisons de cette contradiction apparente.

L'écart-type résiduel est de 5, 7° ce qui semble assez nettement supérieur à l'écart-type de la mesure.

Nous ferons la même remarque que précédemment sur l'ordre dans lequel sont testées les diverses sous-hypothèses : par exemple, le test de signification de Mn n'est pas le même suivant qu'on suppose les plans distincts ou confondus.

3) <u>Comparaison de l'influence de la teneur en Mn pour les états brut et</u> traités.

Puisque l'influence de I% est pratiquement la même à <u>l'état brut</u> et après trempe à l'eau, nous pouvons porter sur un même graphique (Fig. 7) les résultats de ces divers états corrigés de l'influence de I% que nous prendronségale à la valeur moyenne de 4,5° pour une variation de 0,01% de I, en fonction de la teneur en Mn.

L'influence d'une augmentation de la teneur en Mn apparaît assez nettement défavorable pour l'état brut laminé à 930° , nulle ou légèrement favorable pour l'état brut laminé à 900° et très nettement favorable après trempe à l'eau (Cf. Analyse de covariance LR₈). Les résultats semblent assez bien représentés par trois droites concourantes en un point situé vers 0,20-0,25% de Mn.

Nous avons repéré (Fig. 7) par un symbole particulier les résultats de la coulée à bas Mn T_1'' (coulée du 3ème groupe dont le lingot étudié est le dernier utilisable). Cette coulée dont la température de transition semble anormalement basse aussi bien à l'état brut qu'après traitement se signale, d'autre part, par une teneur en O_2 en tête très élevée (0,067%, Cf. Fig. 1) et par des ruptures anormales des éprouvettes de traction prélevées en tête (ruptures hors des repères qui peuvent être dues à la présence d'inclusions).

Nous comprenons maintenant pourquoi les moyennes des coulées à haut Mn

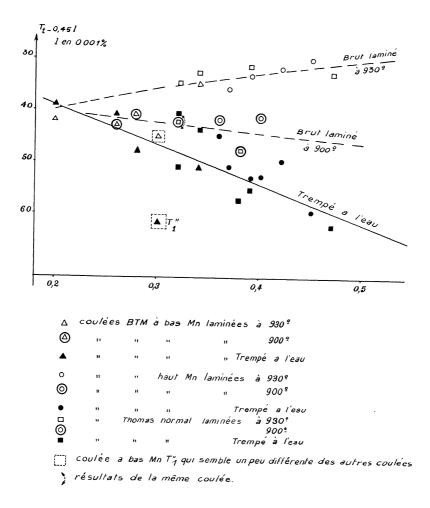


Fig. 7

et bas Mn ne sont pas différentes (tableau LR $_5$) alors que l'influence du Mn est hautement significative : la présence de cette coulée T''_1 dont les résultats ont été répétés 2 fois dans les analyses de variance (estimation des résultats de l'autre coulée du troisième groupe T''_4 supprimés à cause des analyses chimiques anormales) a, en effet, abaissé considérablement la température de transition des coulées BTM à bas Mn. De même, à l'état brut, la présence de cette même coulée T''_1 a certainement amplifié l'interaction observée entre le niveau de Mn et l'influence de la température de fin de laminage. Signalons que cette coulée a reçu des additions d'aluminium en poche (280 g/tonne) et en lingotières (125 g par lingot de 4 t) plus importantes que les autres coulées de l'étude .

Les résultats à <u>l'état normalisé</u> seraient représentés sur la figure 7 par un nuage de points se superposant pratiquement à ceux correspondant à l'état brut avec laminage à 900°.

En résumé, une augmentation de la teneur en Mn semble rendre l'acier plus sensible à la température de fin de laminage dans le cas des essais effectués à l'état brut et à la vitesse de refroidissement dans le cas des essais effectués après austénitisation.

Résumé et conclusions

Au cours de cette étude, nous avons comparé les résultats d'essais de traction et de résilience effectués sur des aciers de trois "nuances".

Thomas BTM à bas Mn Thomas BTM à haut Mn Thomas normal à haut Mn

Ces aciers ont été laminés en 3 groupes qui correspondent, en fait, à deux niveaux de la température de fin de laminage :

12 coulées (4 de chaque nuance) ont été laminées vers 930° 6 coulées (2 de chaque nuance) ont été laminées vers 900°

On peut tirer des dépouillements effectués les conclusions suivantes :

A - ANALYSES CHIMIQUES ET GROSSEUR DU GRAIN.

L'étude des caractéristiques mécaniques a été précédée d'un examen des résultats d'analyses chimiques qui nous a conduit à éliminer une coulée BTM à bas Mn (T" $_{_{4}}$) dont les analyses étaient tout à fait anormales (teneurs en P, N $_{_{2}}$, S et C beaucoup plus élevées en pied qu'en tête).

La comparaison des diverses nuances par l'analyse de variance a permis de vérifier qu'on ne décelait pas de différences significatives entre les teneurs moyennes en P et $\rm N_2$ des aciers BTM à bas et à haut Mn, ni entre les teneurs moyennes en Mn des aciers BTM à haut Mn et Thomas normaux. Toutefois ces derniers aciers ont des teneurs en carbone légèrement différentes. Les teneurs en S des aciers Thomas normaux sont, d'autre part, légèrement plus élevées que celles des aciers Thomas BTM. Enfin, la teneur moyenne en $\rm O_2$ des prélèvements de tête est la même pour les aciers BTM à haut Mn et Thomas normaux mais elle semble un peu plus élevée pour l'acier BTM à bas Mn. D'autre part, le grain austénitique MQ devient nettement plus gros lorsque la teneur en Mn dépasse 0,39%.

La ségrégation du carbone entre tête et pied du lingot (avec chutage de 20% en tête) est significativement plus forte pour l'acier BTM à bas Mn que pour le BTM à haut Mn et le Thomas normal et pour le dernier lingot des coulées que pour les autres lingots.

Les teneurs en C% et Mn% sont fortement liées, la liaison observée pour les prélèvements de tête des aciers BTM étant la même que celle observée sur des aciers élaborés par le même procédé au cours d'une campagne précédente.

Par ailleurs, le dépouillement des résultats a permis d'estimer la précision des analyses chimiques et d'obtenir des indications chiffrées sur l'importance de la ségrégation longitudinale dans les lingots; la connaissance de ces valeurs numériques est très utile pour les études statistiques.

B - ESSAIS DE TRACTION.

Les résultats de ces essais ont été dépouillés par l'analyse de variance en comparant :

- d'une part, les aciers BTM à haut et bas Mn (influence de Mn% et C%),
- d'autre part, les aciers BTM à haut Mn et Thomas normaux.

(Ces derniers aciers diffèrent essentiellement par leurs teneurs en P et N_2 mais il faut noter qu'il y a également une petite différence entre leurs teneurs moyennes en C et S).

L'augmentation de la teneur en Mn (lié au carbone) n'a pas relevé nettement la résistance à la traction comme on l'espérait. Il semble, d'autre part, que la limite élastique supérieure ait tendance à diminuer lorsque la teneur en carbone croît de 0,03% à 0,04% mais cette observation demanderait à être confirmée. Bien entendu, les résultats auraient pu être tout autre si les conditions de refroidissement avaient été différentes.

Les différences entre les aciers Thomas normaux et les aciers BTM portent sur l'allongement à la rupture (plus faible pour les aciers Thomas normaux) et sur la résistance à la traction et la limite élastique supérieure (plus élevée pour les aciers Thomas normaux).

Les résultats des essais de vieillissement semblent un peu surprenants : on s'attendait à observer un vieillissement beaucoup plus important pour les aciers Thomas normaux que pour les aciers BTM car on admet généralement que l'importance du vieillissement dépend de la teneur en azote. Or, nous constatons que l'indice de vieillissement est, au contraire, un peu plus faible pour les aciers Thomas normaux que pour les aciers BTM et ce classement est confirmé par la comparaison des chutes d'allongement dues au vieillissement.

Aucune influence de la température de fin de laminage sur les caractéristiques de traction n'a été décelée.

Par ailleurs, les résultats des essais ont permis d'estimer la précision de la détermination des diverses caractéristiques considérées.

C - ESSAIS DE RESILIENCE - TEMPERATURES DE TRANSITION UF.

La description ci-après résume les résultats des dépouillements effectués.

On observe, en tout premier lieu, une influence très nette des teneurs en phosphore et en azote et il est légitime d'admettre que ces éléments interviennent par l'intermédiaire de l'indice d'impureté I = P + $5N_2$. Cette influence, qui est la même à l'état brut (fin de laminage vers 930° ou 900° avec refroidissement lent) qu'à l'état traité, peut être chiffrée par un relèvement de la température de transition UF de 4 ou 5° par 0,010% de I.

A cette influence sont venues se superposer les influences apparentes de 3 facteurs :

- La température de fin de laminage,
- La vitesse de refroidissement après recuit,
- La teneur en Mn.

Mais ces facteurs n'agissent pas toujours indépendamment les uns des autres.

Tout d'abord, la teneur en Mn influe apparemment (rappelons que le Mn

est lié au carbone au grain MQ et à d'autres facteurs sans doute) sur la sensibilité de l'acier à la température de fin de laminage et à la vitesse de refroidissement. La figure 7 illustre bien cette influence dont la cause physique ne semble pas être uniquement une variation de la grosseur du grain MQ car la variation de la sensibilité du métal avec la teneur en Mn est beaucoup plus progressive que la variation de grosseur du grain MQ (Cf. figures 4 et 7).

L'intérêt d'une augmentation de la teneur en Mn est donc variable suivant le cycle thermique subi par le métal.

De même, l'intérêt d'une austénitisation suivie d'un refroidissement à l'air (normalisation) est variable suivant la température de fin de laminage; ce traitement ne semble nettement favorable que pour les coulées laminées à 930°. Dans le cas où le refroidissement est effectué à l'air l'influence du traitement effectué dépend à la fois de la température de fin de laminage et de la teneur en Mn. Pour les coulées à très bas Mn (0,20-0,25), le traitement thermique effectué semble même légèrement défavorable. Notons qu'une faible sensibilité à la température de fin de laminage et à la vitesse de refroidissement peut présenter certains avantages car la réalisation de fabrications homogènes à l'état brut de laminage est alors facilitée. Les coulées à bas Mn pourraient être intéressantes de ce point de vue; toutefois, les résultats de la coulée T''₁ dont nous attribuons le comportement particulier à l'importance des additions d'aluminium effectuées montrent que d'autres facteurs peuvent jouer également.

Les résultats des essais effectués à l'état vieilli conduisent à une conclusion un peu inattendue : les températures de transition des aciers Thomas normaux sont moins relevés par le vieillissement après écrouissage de 10% que celles des aciers Thomas BTM(1) si bien qu'à l'état vieilli, les températures de transition des aciers Thomas normaux sont à peine supérieures à celles des aciers Thomas BTM (différence de 3° entre les deux nuances). Cette observation recoupe bien celle effectuée sur les résultats des essais de traction. Il semble donc que l'influence de la teneur totale en azote sur le vieillissement des aciers n'est pas aussi nette qu'on l'admet généralement, tout au moins dans le domaine des teneurs exploré et pour les conditions étudiées (refroidissement lent après le laminage).

Y. MORILLON

⁽¹⁾ D'autres essais, effectués notamment sur des tôles laminées à partir des mêmes coulées, ont montré que le relèvement de la température de transition des aciers Thomas BTM était identique à celui d'aciers Martin courants.

ANNEXE I (1)

Méthode générale de Test d'une sous-Hypothèse

I. - POSITION DU PROBLÈME DÉFINITION D'UNE SOUS-HYPHOTÈSE

Etant donné le modèle linéaire :

$$\mathbf{y}_{i} = \alpha_{1} \mathbf{x}_{i}^{1} + \alpha_{2} \mathbf{x}_{i}^{2} + \dots + \alpha_{n} \mathbf{x}_{i}^{p} + \varepsilon_{i}$$

 $\varepsilon_i = N(0, \sigma^2)$ et indépendants les uns des autres,

$$x_i^k$$
 $k = 1, 2, ..., p$ connus a priori.

admis pour représenter les résultats, on peut faire toutes sortes d'hypothèses sur les paramètres α_1 , α_2 , ..., α_p et se proposer de les tester.

On peut, par exemple, supposer qu'un certain nombre q d'entre eux sont nuls ou ont des valeurs déterminées ou, de façon plus générale, supposer que ces paramètres ne sont pas au nombre de p mais sont des fonctions que nous supposerons linéaires(2) de q autres ou, ce qui revient au même, de q d'entre eux (c'est-à-dire, qu'ils sont liés par p - q = r relations linéaires indépendantes).

Le test de signification d'un coefficient de regression dans une regression linéaire à deux variables est ainsi le test de la "sous-hypothèse" $\beta=0$ dans le modèle $y_i=\alpha+\beta\,x_i+\epsilon_i$. Dans d'autres cas, on peut être intéressé par le test de l'hypothèse $\alpha=0$ (la droite passe par l'origine) où $\beta=1$ (les variations moyennes de y sont égales à celles de x) où $\alpha=\alpha_o$, $\beta=\beta_o$ (la droite de regression est la droite $m_v=\alpha_o+\beta_o\,x$).

Enfin, le test de linéarité d'une regression à 2 variables est le test de la sous-hypothèse $\eta_i = \alpha + \beta x_i$ dans le modèle complet $y_{ij} = \eta_i + \epsilon_{ij}$.

Dans le cas de la regression à 3 variables (2 variables indépendantes) représentés par le modèle $z_i = \alpha + \beta x_i + \gamma y_i + \epsilon_i$, on teste souvent, outre l'hypothèse $\beta = \gamma = 0$ de non signification de la regression, l'hypothèse $\gamma = 0$ de non influence de la variable y, une fois prise en compte celle de x (Nous verrons que ce test est, en général, totalement différent de celui de l'hypothèse $\gamma = 0$ dans le modèle $z_i = \alpha + \gamma y_i + \epsilon_i$).

⁽¹⁾ Ce texte est extrait d'une conférence présentée à la Société de Biométrie le 20 Novembre 1957 : "Quelques problèmes de jugement sur échantillons" par J. ULMO.

⁽²⁾ Ceci est nécessaire si l'on veut rester dans le domaine des modèles linéaires.

Dans la présente étude, nous avons été amenés à tester l'hypothèse de l'intervention des teneurs en P et N_2 de largets d'acier sur leur température de transition UF par l'intermédiaire du facteur I = P + 5N c'est-à-dire, du modèle réduit :

$$z_i = \alpha^{ii} + \beta^i(x_i + 5y_i) + \epsilon$$

au lieu du modèle complet :

$$z_i = \alpha^i + \beta x_i + \gamma y_i + \epsilon$$

Ceci revient à tester la sous-hypothèse $\gamma = 5\beta$.

Pour rappeler que les hypothèses dont nous venons de parler ne mettent pas en cause le modèle initial mais ont trait à certaines particularités qu'il serait susceptible d'avoir dans le cas considéré, on les appelle des "sous-hypothèses".

II. - MÉTHODE GÉNÉRALE DE TEST D'UNE SOUS-HYPOTHÈSE

Il existe une méthode générale de test d'une sous-hypothèse qui est la suivante :

Soient:

Q et Q

la somme des carrés totale,

les sommes de carrés résiduelles et dues à la regression dans le modèle complet (Q = $Q_E + Q_R$),

et Q_{E/H} et Q_{R/H}

(Q = $Q_{\text{E/H}}$ + $Q_{\text{R/H}}$) les mêmes sommes de carrés correspondant au modèle réduit obtenu en faisant la sous-hypothèse H (c'est-à-dire, en remplaçant les paramètres α_k , k = 1,..., p par leurs expressions en fonction des paramètres θ_k k = 1, 2,..., q conformément à l'hypothèse H).

 $Q_{_{\rm F}}$ est basée sur n - p degrés de liberté et même distribuée comme :

(n - p)
$$\chi_{n-p}^2 \sigma^2$$

tandis que $Q_{\text{E/H}}$ est basée sur n - q degrés de liberté et on a toujours :

$$Q_{E} \leqslant Q_{E/H}$$

 $La\,variable\,Q_{\text{F/H}}\text{-}\ Q_{\text{E}}\ =\ Q_{\text{R}}\ \text{-}\ Q_{\text{R/H}}\quad \text{est indépendante en probabilité de }Q_{\text{E/H}}\;.$

En outre, si la sous-hypothèse H a lieu, c'est-à-dire, si le modèle réduit convient, cette variable est distribuée comme $(p-q)\chi^2_{p-q}$ σ^2 tandis que si cette sous-hypothèse n'a pas lieu, son espérance mathématique est supérieure à celle de : $(p-q)\chi^2_{p-q}$ σ^2 .

On testera donc la sous-hypothèse H en appliquant le test F de Snédécor unilatéral avec p - q et n - p degrés de liberté à :

$$\frac{Q_{E/H}-Q_{E}}{p-q}:\frac{Q_{E}}{n-p}$$

Ceci peut se résumer dans "l'équation d'analyse de la variance" :

$$Q_{E/H} = Q_F + (Q_{F/H} - Q_F)$$

degrés de liberté n-q = n-p + p-q.

Remarque:

La solution à laquelle on aboutit est identique à celle que l'on obtient par un raisonnement direct en testant que le point moyen de la distribution des paramètres estimés a satisfait aux relations imposées par H.

Ainsi, dans la regression linéaire à 2 variables, le test de l'hypothèse $\beta = 0$ (signification) par la méthode directe (test de E(b) = 0) est identique au test par la méthode générale (analyse de la variance).

De même, dans la regression à 3 variables, les tests des hypothèses γ = 0 où γ = $5\,\beta$ sont identiques par la méthode directe [E(c) = 0 ou E(c - 5b) = 0] et par la méthode générale.

D'une façon générale, quand l'hypothèse H est d'ordre 1, c'est-à-dire, consiste à supposer l'existence d'une seule relation linéaire $u_1\alpha_1+u_2\alpha_2+\ldots+u_p\alpha_p=0$ la méthode directe : test de l'hypothèse $E(u_1\,a_1+u_2\,a_2+\ldots+u_p\,a_p)=0$ repose sur le fait que $U=u_1\,a_1+u_2\,a_2+\ldots+u_p\,a_p$ est une variable normale de variance égale à : $\sigma^2\left[\sum_{k=1}^p \left(u_k\sum_{e=1}^p u_e\,c_{ek}\right)\right]$ où les c_{ek} sont les éléments de la matrice des coefficients aux poids attachée au modèle complet.

Quand on estime σ^2 par $s_{\epsilon}^{\prime 2}$, on obtient une estimation $s_{\upsilon}^{\prime 2}$ de σ_{υ}^2 indépendante en probabilité de U et telle que :

$$\frac{(n-p)s_0^{12}}{\sigma^2} = \chi_{n-p}^2$$

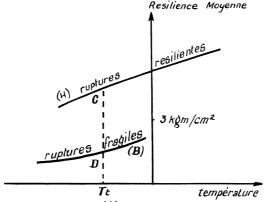
ce qui conduit à appliquer le test de Student Fisher avec n - p degrés de liberté à $\frac{U}{s'_n}$.

Quand l'hypothèse H est d'ordre supérieur à 1, la méthode directe se complique et l'on a souvent avantage à appliquer la méthode générale.

ANNEXE II

Définition et détermination de la température de Transition U.F.

On sait que la distribution à température constante des résiliences UF d'un acier doux est en général <u>bimodale</u> dans une certaine zone de température appelée <u>zone de transition</u>. Les résultats sont alors groupés autour de deux courbes moyennes se chevauchant : une courbe haute (H) (éprouvettes non fragiles ou résilientes) et une courbe basse (B) (éprouvettes fragiles).



Des études statistiques⁽¹⁾ ont montré que la loi de variation de la proportion P de ruptures résilientes avec la température T était représentée convenablement par une courbe en S de Galton d'équation :

$$P(T) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{\tau} e^{\frac{(u - \tau_t)^2}{2\sigma^2}} \frac{du}{\sigma}$$

ce qui conduit à caractériser la zone de transition UF par un paramètre de position : <u>la température de transition</u> T_t à laquelle la probabilité d'une rupture résiliente est 0, 50 et un paramètre d'étendue qui peut être le paramètre σ figurant dans l'équation ci-dessus que nous appelons <u>l'écart-type</u> de la zone de transition.

Pour estimer la température de transition T_t , nous utilisons en général à l'IRSID la méthode de Kärber $^{(2)}$ qui consiste à casser un même nombre d'é-

⁽¹⁾ J. ULMO et F. BASTENAIRE - Revue de Statistique Appliquée - Vol. 1, N° 3-4, pp. 45 à 62.

⁽²⁾ J. ULMO: Annales des Mines (1952), N°III-IV, pp. 122-124.

prouvettes (généralement de 5 à 8) par température à des températures régulièrement échelonnées, choisies de telle façon qu'on observe les proportions 100% et 0% de ruptures résilientes et qu'on ait au moins 4 ou 5 températures d'essais dans la zone de transition.

On déduit alors des résultats par application d'une formule, un estimateur \hat{T} , dont la variance peut être évaluée par la formule :

$$\sigma_{\hat{\tau}_t}^2 = \frac{0.56 \, \sigma \, d}{n}$$

 σ = écart-type de la zone de transition;

d = échelonnement des températures;

n = nombre d'essais par température.

Nous avons vérifié expérimentalement (en effectuant des tirages) que la distribution de \hat{T}_t était sensiblement normale et que l'évaluation de sa variance par la formule ci-dessus était satisfaisante.

La méthode de Kärber ne permet pas d'estimer o avec une précision acceptable mais, en général, on arrive en cumulant les résultats de plusieurs coulées de caractéristiques voisines à en connaître au moins l'ordre de grandeur, ce qui est suffisant pour les applications pratiques.

Dans la réalité, la méthode de Kärber telle que nous venons de la décrire n'est pas toujours applicable car il est souvent trop difficile de séparer sans ambiguité les ruptures fragiles et résilientes quand on ne dispose que d'un petit nombre d'essais par température. On évite cette difficulté en séparant les ruptures résilientes et fragiles d'après un niveau de résilience conventionnel. Des études antérieures portant sur de nombreuses coulées d'aciers extra-doux effervescents étudiées avec un assez grand nombre d'éprouvettes par température (en général 25) nous ont montré que le niveau 3 kgm/cm² séparait bien les ruptures fragiles et résilientes à la température de transition, tout au moins pour les éprouvettes prélevées en travers du laminage, si bien que nous appelons par convention :

- ruptures fragiles : les ruptures dont la résilience est inférieure à 3 kgm/cm^2 ;
- ruptures résilientes : les ruptures dont la résilience est supérieure à 3 kgm/cm^2 .

Dans le cas des aciers que nous avons étudiés à <u>l'état brut</u> et, plus généralement, dans le cas des aciers extra-doux effervescents ayant subi un <u>refroidissement lent</u>, iln'est plus possible de distinguer une courbe haute et une courbe basse, même avec un grand nombre d'essais par température car les points expérimentaux sont groupés autour d'une unique courbe moyenne qui décroît régulièrement avec la température, la distribution à température constante étant unimodale. Il serait certes encore possible d'utiliser la méthode de Kärber avec la convention ci-dessus mais il faudrait alors choisir un échelonnement très faible des températures car on passe de 0% à 100% de résiliences > 3 kgm/cm² dans un faible intervalle de température.

Pratiquement, il n'est pas intéressant d'accumuler ainsi un grand nombre d'essais au voisinage de la température de transition pour déterminer celle-ci avec beaucoup de précision et il est préférable d'utiliser les éprouvettes pour

étudier la courbe résilience moyenne-température dans un plus large intervalle de température. La température de transition est alors déterminée par le niveau 3 kgm/cm² sur la courbe résilience moyenne-température ajustée sur les points expérimentaux.

Cette température notée T_{κ_3} qui correspond bien à la définition précédente, car moyennes et médianes des distributions sont pratiquement confondues, est, dans ce cas, déterminée avec une précision très acceptable. Nous rappellerons qu'il n'en est pas de même lorsqu'il y a "bimodalité", c'est-à-dire, lorsqu'il y a 2 courbes (H) et (B) bien séparées, le tracé de la courbe "résilience moyenne-température" étant alors très incertain.

Les nombres d'éprouvettes utilisées dans la présente étude et les échelonnements des températures d'essais sont indiqués dans le tableau ci-dessous.

	Nombre vettes u	-	Echelonnement des		
Etat	par t°	en tout	températures		
Brut long	4	20	20° 10°		
Brut travers Vieilli	4	40 20	20°		
Normalisé Trempé eau	8 8	40 40	10° 10°		

Dans le cas des états traités, il y a "bimodalité", c'est-à-dire, qu'on peut distinguer deux courbes (H) et (B); c'est donc la méthode de Kärber qui a été utilisée. La zone de transition est très étendue pour ces états et nous pensons que l'écart-type σ défini plus haut est de l'ordre de 15°, si bien que l'écart-type de l'estimation de T_{\star} serait :

$${}^{\sigma}\hat{\tau}_{t} \sim \sqrt{\frac{0.56 \times 15 \times 10}{8}} = 3.2^{\circ}$$

Autrement dit, la température de transition est déterminée à + 6° près (approximativement).

Dans le cas des états brut et vieilli, il n'y a pas de bimodalité et la température de transition est la température $T_{K_{\mathfrak{q}}}$.

La précision de cette détermination est, dans le cas de l'état brut sens travers, bien meilleure que celle indiquée ci-dessus pour les états traités, car l'absence de bimodalité équivaut à une faible étendue de la zone de transition.