

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
Ecole Nationale Polytechnique

Département de Métallurgie

Mémoire de projet de fin d'études

pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des Matériaux

Elaboration de baguettes de soudage sans  
plomb à base de systèmes « Cu-Zn » et  
« Cu-Sn » par métallurgie des poudres

Mehdi KOHIL

Naziha Djermouni

Sous la direction de M. Mohamed CHITROUB Professeur

Présenté(e) et soutenue publiquement le (15/06/2016)

**Composition du Jury :**

Président	M .Fatah HELLAL,	Professeur	ENP
Promoteur	M .Mohamed CHITROUB,	Professeur	ENP
Examineur	M .Abderahman DAIMELLAH,	Docteur	ENP
Examineur	M .Abdelmadjid KASSER,	Docteur	ENP

## **Remerciements :**

*Nous tenons à remercier toutes celles et ceux qui ont contribué à l'élaboration de ce mémoire, de nous avoir soutenus et encouragés.*

*En premier lieu nous remercions notre promoteur et chef de département, Mr.CHITROUB qui nous a accompagnés et fait en sorte qu'on ne manque de rien lors de notre travail.*

*Nous remercions également les membres du jury, nos professeurs, Mr.HELLAL président du jury, qui nous a encouragés et prodigués des conseils adéquats aux moments opportuns.*

*Nous remercions nos examinateurs d'avoir également accepté de siéger afin de nous évaluer, Mr.DAIMELLAH, mais aussi Mr.KASSER, qui nous a apporté un réel soutien et nous a enrichi de son savoir et de son expérience lors de notre travail, d'un élève à son professeur merci à vous.*

## الملخص

الغرض من هذا العمل هو صنع نوعين من قضبان اللحام، واحدة على أساس نظام "النحاس والزنك" و الاخر على نظام "النحاس والقصدير" من مسحوق المعادن. نحضر خليط مسحوق متكلس ثم نقوم بعملية التعاقد. بعد التلبد ندرس عينات بالمراقبة الميكرسكوبية ونخضعها لالمتداول الباردة لبعض والساخنة للآخرين، أخيرا نحاول تحديد سبب غير ثبوتهم بعد عملية التداول.

كلمات البحث: مسحوق، والنحاس، والتعاقد، قرص، تلبد.

## Abstract :

The purpose of our work elaborate two type of welding rod, one based on a system of "Cu-Zn" and the second on a system of "Cu-Sn" by powder metallurgy. We make a mix of powders that we are going to make a sintering. After that we are going to study the metallography aspect of our samples by a microscopic observation and a micro-hardness test, than we are going to proceed to a cold rolling and a hot rolling, and finally we are going to try to find the reasons of their non-viability on the rolling process

Key words: powders, copper, compacting, pill, sintering.

## Résumé :

Le but de ce travail est l'élaboration de deux types baguettes de soudage, l'une basée sur un système « Cu-Zn » et l'autre sur un système « Cu-Sn » par la métallurgie des poudres. On effectue une préparation des mélanges de poudres que l'on va compacter puis fritter. Après le frittage nous étudierons la métallographie des échantillons par observation microscopique et test de micro-dureté, puis nous leur ferons subir un laminage à froid pour certains et à chaud pour d'autres, pour qu'enfin nous essayerons de déterminer les raison de non-viabilité des comprimés lors du laminage

Mots clés : poudres, cuivre, compactage, comprimé, frittage.

# Sommaire

---

## Liste des figures

## Liste des tableaux

Introduction générale.....	10
1. Métallurgie des poudres .....	11
1.1. Introduction .....	11
1.2. Fabrication des poudres.....	11
1.2.1. Procédés mécaniques.....	11
1.2.2. Procédé chimique : .....	12
1.2.3. Procédé électrolytique .....	13
1.2.4. Procédé physique.....	13
1.3. Caractérisation des poudres .....	15
1.3.1. Caractérisation par tamisage.....	16
1.3.2. Caractérisation par sédimentation .....	16
1.3.3. Autres technique de caractérisation.....	17
1.4. Compactage des poudres .....	19
1.4.1. Définition.....	19
1.4.2. Densification de la poudre.....	20
1.4.3. Distribution des contraintes et de la densité .....	20
1.4.4. Relation entre les paramètres de compactage.....	21
1.4.5. Techniques de compactage.....	22
1.5. Frittage des poudres.....	26
1.5.1. Energies du frittage.....	26
1.5.2. Mécanisme de frittage. ....	27
1.5.3. Les stades du frittage .....	29
1.5.4. Facteurs influençant sur le frittage .....	30
2. Tréfilage .....	33
2.1. Introduction .....	33
2.2. Définition.....	33
2.3. Machines et outils en tréfilage.....	35
2.3.1. Machine simple .....	35
2.3.2. Filière.....	35

2.3.3.	Mandrins.....	36
2.3.4.	Lubrification.....	37
2.4.	Paramètres du tréfilage.....	37
2.4.1.	Vitesse de déformation.....	37
2.4.2.	Force de tréfilage.....	38
2.4.3.	Frottement.....	39
2.4.4.	Echauffement du fil.....	39
2.5.	Ecrouissage.....	40
3.	Le cuivre et ses propriétés.....	41
3.1.	Introduction.....	41
3.2.	Alliages à haute teneur en éléments d'addition.....	41
3.2.1.	Les laitons.....	42
3.2.2.	Les bronzes.....	44
3.3.	Propriétés physiques et mécaniques du cuivre.....	46
3.4.	Propriétés chimique du cuivre.....	47
3.4.1.	L'oxygène dans le cuivre.....	48
3.4.2.	Résistance à la corrosion.....	48
3.5.	Domaines d'utilisation et d'applications du cuivre.....	49
3.5.1.	Le brasage.....	49
3.5.2.	Le cuivre et le brasage.....	50
4.	Procédure expérimentale.....	51
4.1.	Introduction.....	51
4.2.	Matériaux et méthodes.....	51
4.2.1.	Identification des poudres utilisées.....	51
4.2.2.	Préparation des échantillons.....	53
4.2.3.	Mélange.....	53
4.2.4.	Compactage.....	54
4.2.5.	Caractérisation a vert.....	57
4.2.6.	Le frittage.....	58
4.2.7.	Préparation métallographique.....	60
4.2.8.	Mesure de la micro-dureté.....	62
4.2.9.	Laminage et tréfilage.....	64
4.3.	Résultats et interprétations.....	66
4.3.1.	Résultats du laminage.....	66

4.3.2.	Observation métallographique.....	67
4.3.3.	Résultats des tests de micro-dureté.....	76
4.3.4.	Interprétations.....	78
5.	Conclusion générale.....	80
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....		81

# Liste des figures

---

Figure 1.1. (a) Broyeur à tambour tournant. (b) broyeur attriteur [3].	12
Figure 1.2. Procédure d'atomisation à l'eau [3].	14
Figure 1.3. Pulvérisation à l'électrode tournante [5].	14
Figure 1.4. Les différentes formes des particules de poudre et leur méthode d'obtention [7].	18
Figure 1.5. Compression de grains de poudre [3].	19
Figure 1.6. a) compactage à simple action, b) compactage à double action [11].	23
Figure 1.7. Dispositifs de compactage isostatique [11].	23
Figure 1.8. Schéma du procédé de compactage isostatique à chaud [12].	24
Figure 1.9. Procédé de compression laminage [12].	25
Figure 1.10. Principe de fonctionnement d'une installation de compression par projectile [3].	25
Figure 1.11. Gradients de potentiel chimique et chemins de diffusion au cours du frittage de deux sphères [14].	29
Figure 1.12. Schématisation des trois stades de frittage [3].	30
Figure 2.1. Principe du tréfilage [20]	33
Figure 2.2. Schéma d'une passe de tréfilage [21]*	34
Figure 2.3 Schéma du principe d'une machine de tréfilage simple [23].	35
Figure 2.4 Profil d'une filière [22]	36
Figure 2.5 Outillage pour tréfilage [24]	36
Figure 2.6 Passage d'un fil dans une filière [27]	37
Figure 2.7 Décomposition des forces au cours de l'écoulement en filière	38
Figure 3.1 Diagramme de phase du système Cuivre-Zinc [31]	42
Figure 3.2 Diagramme de phase du système Cuivre-Etain [31]	44
Figure 4.1 Poudre de cuivre	51
Figure 4.2 Poudre de Zinc	52
Figure 4.3 Poudre d'étain	52
Figure 4.4 Matériel de compactage	54
Figure 4.5 L'ensemble matrice-poinçon dans la presse hydraulique	55
Figure 4.6 Comprimé de laiton	56
Figure 4.7 Pied à coulisse digital	57
Figure 4.8 Pompe électrique génératrice de vide primaire	58
Figure 4.9 Système utilisé pour le frittage	59
Figure 4.10 Comprimé Cu-Zn à 25%wt fritté à 600°C	60
Figure 4.11 Presse "METAPRESS-A" pour enrobage à chaud	60
Figure 4.12 Polisseuse	61
Figure 4.13 Microscope OPTIKA M-789	62
Figure 4.14 Micro-duromètre	62
Figure 4.15 Principe d'essai de dureté Vickers Hv	63
Figure 4.16 Filière de 6 mm de diamètre	64
Figure 4.17 Banc d'étirage	64
Figure 4.18 Laminoir semi-automatique à double cylindres	65
Figure 4.19 Comprimés après laminage à chaud	66
Figure 4.20 Observation au microscope Cu-Zn à 25%wt non fritté, grossissement x100	67

Figure 4.21 Observation au microscope Cu-Zn à 25% non fritté, grossissement x200 .....	68
Figure 4.22 Observation au microscope, Cu-Zn à 25%wt Frittage à 400°C pendant 1h, grossissement x100.....	69
Figure 4.23 Observation au microscope, Cu-Zn à 25%wt Frittage à 400°C pendant 1h, attaqué chimiquement, grossissement x100.....	69
Figure 4.24 Observation au microscope, Cu-Zn à 25%wt Frittage à 400°C pendant 1h grossissement x200.....	70
Figure 4.25 Observation au microscope Cu-Zn à 25%wt Fritté à 400°C pendant 2h, grossissement x100.....	70
Figure 4.26 Observation au microscope Cu-Zn à 25%wt Fritté à 400°C pendant 2h, attaqué chimiquement, grossissement x100.....	71
Figure 4.27 Observation au microscope Cu-Zn à 25%wt Fritté à 400°C Pendant 2h, attaqué chimiquement, grossissement x200.....	71
Figure 4.28 Observation au microscope Cu-Sn à 0,5%wt Fritté à 220°C pendant 1h, grossissement x100.....	72
Figure 4.29 Observation au microscope Cu-Sn à 0,5%wt Fritté à 220°C pendant 1h, attaqué chimiquement, grossissement x500.....	72
Figure 4.30 Observation au microscope Cu-Sn 0,5% Fritté à 220°C pendant 2h grossissement x100.	73
Figure 4.31 Observation au microscope Cu-Sn à 0,5%wt Fritté à 220°C pendant 2h, attaqué chimiquement, grossissement x100.....	73
Figure 4.32 Observation au microscope Cu-Sn à 0,5%wt Fritté à 220°C pendant 2h, attaqué chimiquement, grossissement x500.....	74
Figure 4.33 Observation au microscope Cu-Sn à 0,5%wt Fritté à 220°C pendant 3h, attaqué chimiquement, grossissement x500.....	74
Figure 4.34 Observation au microscope Cu-Zn à 25%wt Fritté à 600°C pendant 2h grossissement x500 .....	75
Figure 4.35 Graphique d'évolution de la micro-dureté Hv en fonction du temps de frittage en phase solide du Cu-Sn 0,5%wt.....	76
Figure 4.36 Graphique d'évolution de la micro-dureté Hv en fonction du temps de frittage en phase solide du Cu-Zn 25%wt.....	77
Figure 4.37 Variation du taux de porosité en fonction de la pression de compactage appliquée [36] ..	79

# Liste des tableaux

---

Tableau 1 Répartition des réserves mondiales de cuivre par continent [30] .....	41
Tableau 2 Propriétés physiques et mécaniques du zinc.....	43
Tableau 3 Propriétés physique et mécaniques de l'étain .....	45
Tableau 4 Principales propriétés physiques et mécaniques du cuivre [33] .....	46
Tableau 5 Potentiels d'équilibre standards mesurés par rapport à l'électrode à hydrogène [34] .....	48
Tableau 6 Composition chimique de la poudre de cuivre .....	51
Tableau 7 Micro-dureté de Cu-Sn à 0,5% wt, frittage à 220 °C.....	76
Tableau 8 micro-dureté de Cu-Zn à 25% wt, frittage à 400°C.....	77

# Introduction générale

## Introduction générale

De nos jours l'électronique est partout avec nous, à chaque instant de nos vies, depuis notre réveil le matin jusqu'au moment de notre coucher le soir, cette technologie qui ne cesse d'évoluer et de se développer doit son avènement au développement continu des matériaux et des propriétés que recèlent ces derniers, telles que leur propriétés mécaniques, physiques ou chimiques. Dans cette conjoncture nous mettons l'accent sur une méthode utilisée lors de la conception des produits électroniques, mais également un certain nombre d'autres produits d'ailleurs, qu'est le soudage avec brasure, qui consiste à assembler deux composants en les liant par un métal d'apport qui est la baguette de soudage, ou brasure. Pour une certaine catégorie de produits leur soudage se fait souvent avec des baguettes à base d'étain qui contiennent un certain pourcentage de plomb, qui comme chacun le sait est très dangereux et nocif pour la santé. Egalement il faut savoir que la détérioration de nos produits n'est pas du en premier lieu à l'endommagement des composant mais plutôt de leurs points de liaisons au niveau des soudures, et cela est du à l'impressionnant nombre de cycles d'allumage et d'extinction quotidien que connaissent nos appareils

Une alternative cependant existe afin de remplacer ce genre de baguette, il s'agit des baguettes à base de cuivre, qui sont moins nocives, ont une bien meilleure conductivité et ont une durée de vie bien plus supérieure à celle citées auparavant. Ces baguettes peuvent être élaborées de différentes manières. Dans le travail qui nous est proposé nous allons tenter d'en fabriquer en utilisant la métallurgie des poudres, en créant des comprimés que l'on va tréfiler par la suite, ce qui assure une très grande pureté des matériaux recherchés.

## 1. Métallurgie des poudres

### 1.1. Introduction

La métallurgie des poudres (mdp) est une procédure de fabrication de pièces à partir de poudres, qu'elles soient de nature céramique, métallique ou polymère. Cette fabrication comprend les étapes suivantes : fabrication de la poudre, mélange et addition d'adjuvants, mise en forme, frittage et finitions.

Les procédés d'élaboration par la métallurgie des poudres ont été utilisés dès l'antiquité, en ancienne Egypte par exemple elle servait à la décoration des temples et ornements et fabrication d'outils. A travers les siècles la métallurgie des poudres n'a pas connu un énorme développement et cela est dû à la difficulté d'obtention des poudres, ce n'est qu'à partir du 19<sup>ème</sup> siècle qu'elle s'est vu renaître grâce à la mise au point d'une méthode afin de produire un compacte de platine. Un siècle plus tard, aux Etats Unis, la production de filaments métalliques a été lancée, en particulier ceux à base de tungstène utilisés dans les lampes à incandescence qui, du à sa haute de température de fusion de 3410°C, ne pouvait être produit par les méthodes de coulée de l'époque. A la fin du 20<sup>ème</sup> siècle la technologie du moulage par injection et la solidification rapide sont apparues [1].

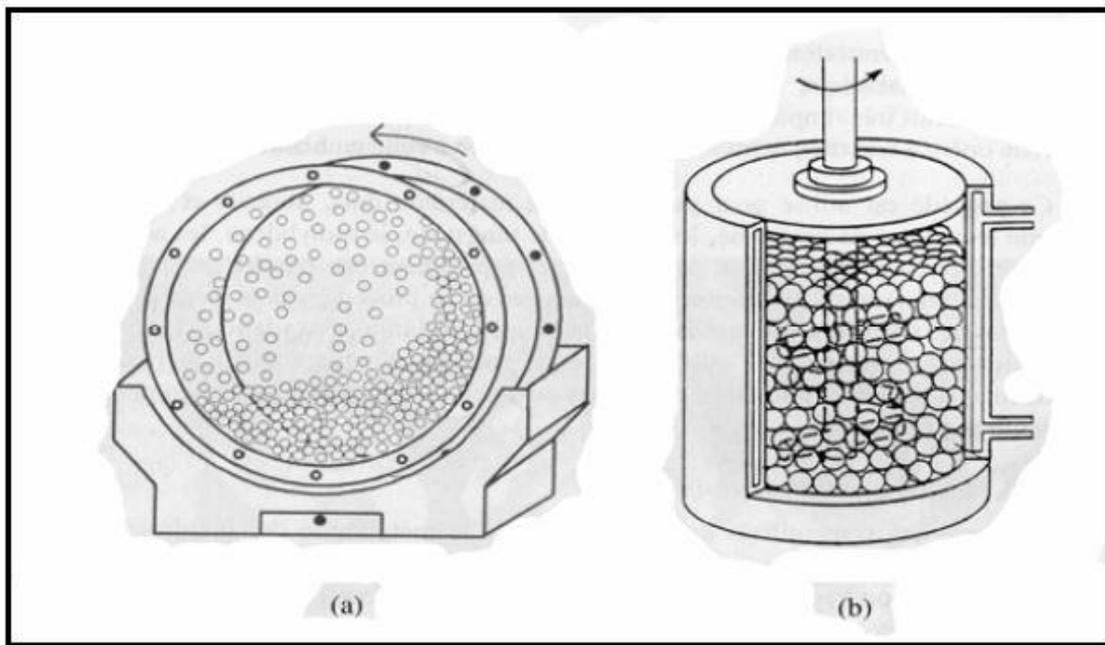
### 1.2. Fabrication des poudres

La matière première pour les pièces fabriquées par métallurgie des poudres est bien évidemment la poudre, qui peut être pure, mélange d'éléments, ou préalablement alliée. Le choix du matériau de départ lui dépend essentiellement du type de produit désiré, alors que le choix des procédés d'élaboration de poudres, dépend de la nature et du type du matériau utilisé et des caractéristiques recherchées. Il existe différentes méthodes d'élaboration des poudres, qui peuvent être classés en trois grandes familles : physique, chimique, ou mécanique.

#### 1.2.1. Procédés mécaniques

Elles regroupent essentiellement les techniques de broyage des métaux fragiles comme certains alliages de cuivre. Il repose sur la fragmentation d'un matériau solide sous l'effet de chocs répétés dans l'enceinte du broyeur. Des éléments étrangers tels que des billes sont généralement utilisés afin d'accroître l'intensité du broyage sous l'effet des impacts, de la pression et des frottements mutuels. Le broyage peut être réalisé à sec ou par voie humide. Les poudres obtenues, ne sont généralement pas directement utilisées après élaboration, elles

doivent d'abord passer par des traitements de classification de la taille, de réduction, de recuit et/ou mélangeage avec un lubrifiant et/ou des additifs [2].



**Figure 1.1. (a) Broyeur à tambour tournant. (b) broyeur attriteur [3].**

## 1.2.2. Procédé chimique :

On en distingue deux catégories :

- a. Réduction des oxydes :** Les oxydes métalliques sont en général fragiles et peuvent être facilement réduits en poudres fines par broyage. En réduisant les poudres d'oxydes à une température inférieure au point de fusion du métal correspondant. En utilisant comme agent réducteur soit le coke, soit un gaz réducteur (hydrogène, oxyde de carbone...). La poudre obtenue par cette méthode présente des pores dans les particules [3].
- b. Réduction associée à l'hydrométallurgie :** La production de la poudre de métal par le procédé d'hydrométallurgie est basée sur la filtration des minerais suivie par la précipitation du métal à partir de solutions filtrées, on obtient des composés tels que les carbonates, les sulfates,...etc. La réduction de ces composés s'effectue selon l'une ou l'autre des procédures suivantes [2] :

Par hydrogène selon la réaction suivante :  $M^{++} + H_2 \longrightarrow M + 2H^+$

Par une solution ammoniacale :  $M^{++} + 2NH_3 \longrightarrow M + 2NH_3^+$

## 1.2.3. Procédé électrolytique

L'électrolyse de solutions aqueuses de sels avec anode soluble ou insoluble est utilisée pour la production de plusieurs poudres métalliques de très hautes puretés, telles que le fer, cuivre, plomb, étain...etc. En utilisant de fortes densités de courant, une forte concentration métallique, une faible concentration en ions métalliques et une faible température de l'électrolyte. En ajoutant des colloïdes au bain on obtient directement un dépôt spongieux ou pulvérulent, qui après lavage et séchage, se broie facilement en poudre fine. Les poudres électrolytiques se présentent souvent sous forme de grains à structure dendritique. Leurs densités apparentes sont faibles et leur coulabilité est médiocre. Elles s'agglomèrent facilement par imbrication de leurs rameaux dendritique [4].

## 1.2.4. Procédé physique

Ce procédé consiste à pulvériser un métal ou alliage à l'état liquide. Ce procédé est un des plus utilisés pour la fabrication de poudres car il permet d'obtenir des poudres avec une haute pureté et, dans le cas d'atomisation au gaz, les poudres sont sphériques. La centrifugation d'un jet de métal liquide sous vide permet de disperser les gouttelettes qui refroidissent dans sa trajectoire. La forme des particules est aussi sphérique. La poudre obtenue par cette méthode a besoin de traitements subséquents comme par exemple un calibrage pour contrôler sa distribution de taille de particule ou des éventuels traitements thermiques (recuit) pour la diffusion des éléments d'alliage [5].

- a. Atomisation par un fluide :** Le métal liquide est désintégré par l'impact de jets d'un fluide (gaz, eau) sous haute pression. La pulvérisation par l'eau, qui refroidit et solidifie très vite la gouttelette de métal liquide, donne des particules de forme irrégulière. Elle est habituellement moins coûteuse que les autres techniques d'atomisation en raison du faible coût du fluide, la faible énergie utilisée pour la pressurisation par rapport aux gaz et la très forte productivité qui peut être obtenue (jusqu'à 30 tonnes/heure). Dans les procédés d'atomisation par gaz, le métal liquide est fracturé au moyen d'un gaz (air, azote, argon ou hélium) animé d'une grande vitesse. Les poudres obtenues sont en général parfaitement sphériques et lisses avec, dans certains cas, la présence de "satellites" qui sont de petites particules liées à des particules plus grosses [3].

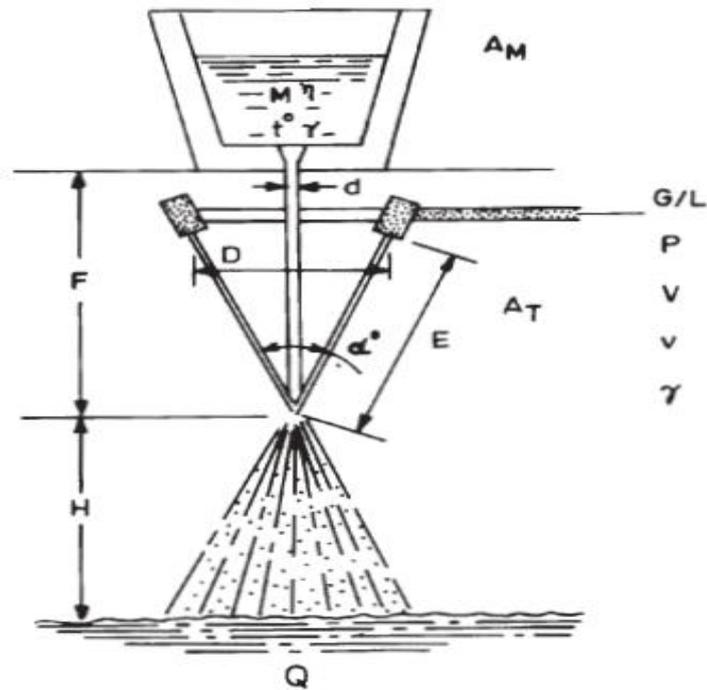


Figure 1.2. Procédure d'atomisation à l'eau [3].

- b. Procédé d'électrode tournante :** Le matériau sous forme de barreau cylindrique est mis en rotation à grande vitesse (1000 à 2000 tours/min) pendant qu'il est fondu par un arc électrique, un plasma ou un faisceau d'électrons. Le métal fondu est éjecté par la force centrifuge sous la forme de gouttelettes de métal fondu qui se solidifient dans l'enceinte remplie de gaz inerte avant d'atteindre les parois. Les poudres fabriquées par cette technique présentent un haut degré de sphéricité, une bonne qualité de surface et une très bonne coulabilité [3].

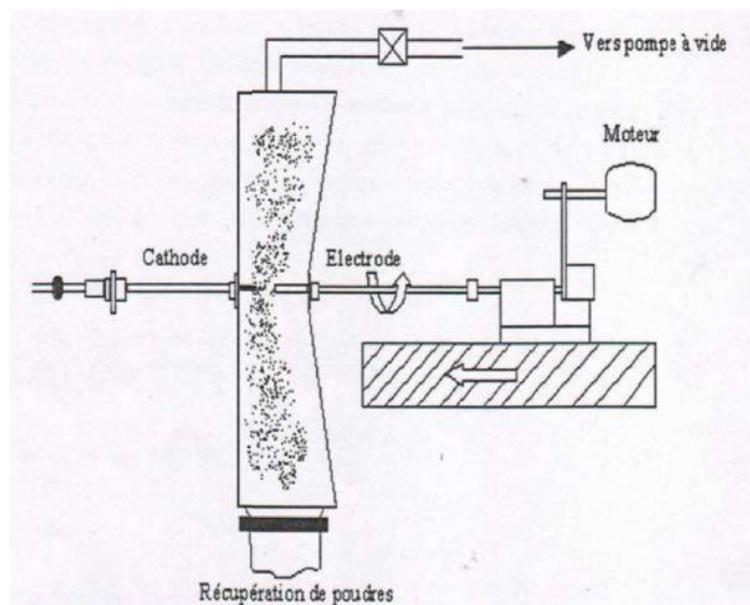


Figure 1.3. Pulvérisation à l'électrode tournante [5].

- c. Procédé de l'hydrogène dissous :** De l'hydrogène est dissous dans le métal liquide, puis on verse ce métal liquide dans une chambre sous vide. Grâce au vide ambiant dans la chambre d'atomisation, le métal liquide explose par précipitation de l'hydrogène dissous. L'explosion du métal désintègre le métal liquide en fines gouttelettes, qui se solidifient rapidement dans l'atmosphère neutre de la chambre. La taille des particules ne peut être contrôlée par ce procédé. Par contre, la forme des particules est, soit sphérique ou sous forme de flocons [2].
- d. Atomisation par disque tournant :** L'atomisation sur disque rotatif est un procédé par lequel un mince film de métal liquide entre en contact avec un disque tournant à haute vitesse. Le métal liquide est atomisé mécaniquement au contact du disque et est éjecté sous forme de gouttelettes à la périphérie du disque. La solidification de la gouttelette se produit en cours de vol et elle est améliorée si la particule rencontre un jet d'hélium [6].
- e. Atomisation par ultrasons :** le métal liquide est versé à travers un appareil produisant un bruit ultrasonique qui fait vibrer une plaque. Le jet de métal liquide au contact de la plaque vibrante se désintègre en fines particules sous l'action des forces cisaillement horizontale [3].

## 1.3. Caractérisation des poudres

Le comportement de la poudre pendant le compactage et le frittage, ainsi que les propriétés mécaniques et structurales de produit fritté dépendent des caractéristiques de la poudre qui peut être divisée en trois groupes :

- Caractérisation de la morphologie : La taille des particules, leur forme ainsi que leur distribution dans une masse donnée.
- Les informations cristallographiques de l'échantillon de poudre.
- La composition chimique de l'échantillon de poudre.

Il est donc impératif de connaître toutes ces caractéristiques afin de prévoir le comportement de la poudre durant le procédé de fabrication, ainsi que les propriétés finales du produit.

Cependant, les grandeurs suscitées, ne permettent pas, à elle seules d'avoir une approche quantitative de ce comportement, c'est pour cela qu'on a recours à d'autres tests tels que : la coulabilité, la densité apparente, la compressibilité, la résistance à vert et le retrait. Mais avant cela, il faut d'abord s'assurer que l'échantillon prélevé est représentatif de la poudre à caractériser [7].

## 1.3.1. Caractérisation par tamisage

Généralement la poudre est placée au dessus d'une série de tamis, dont la taille des ouvertures diminue du haut en bas. Une vibration mécanique ou sonore permet la séparation de la poudre en un certain nombre de fractions appelée refus de la taille en une seule opération, de telle sorte que les particules plus petites que les ouvertures du tamis passent à travers, des tamis de calibre inférieur. Cette technique permet une mesure qualitative, et une séparation en taille rudimentaire.

La taille des particules ainsi mesurées est définie comme étant celle de l'ouverture de tamis qui retient les particules en questions, si celle-ci sont très rapprochées [7].

## 1.3.2. Caractérisation par sédimentation

Cette méthode permet de déterminer la taille des particules d'après leur vitesse de précipitation au sein d'un fluide. En pratique, la relation entre la taille des particules et la vitesse de précipitation est une relation empirique.

Si toutes les particules sont de forme sphérique avec des surfaces lisses et de densité uniforme, alors la loi de Stokes décrit la dynamique des fluides qui stipule qu'aux faibles vitesses, la force de frottement sur un corps sphérique se déplaçant à travers un fluide à vitesse constante est proportionnelle au produit de la vitesse, la viscosité du fluide et le rayon de la sphère. La sédimentation dans les liquides permet de déterminer des tailles de particules allant jusqu'à 0,1 $\mu$ m. La loi de Stokes est donnée par l'équation suivante [7]:

$$v = \frac{g(\rho - \rho_f)}{18\eta} \cdot \chi^2$$

Où

$v$  : vitesse de précipitation (de sédimentation) des particules dans le fluide ( $m.s^{-1}$ ) ;

$\rho$  : densité des particules ( $gr.cm^{-3}$ ) ;

$\rho_f$  : densité du fluide utilisé ( $gr.cm^{-3}$ ) ;

$g$  : Accélération de la pesanteur ( $m.s^{-2}$ ) ;

$\eta$  : Viscosité du fluide (poiseuille)

$\chi$  : Diamètre de la particule recherché (m)

## 1.3.3. Autres technique de caractérisation

### a) Caractérisation par microscopie

L'utilisation des microscopes optique et électronique à balayage couplés à l'analyse d'images permet de déterminer la distribution en tailles sur un échantillon de poudre représentatif. Le paramètre de mesure peut être la surface projetée, le diamètre équivalent, la longueur maximale.

### b) La technique de conductivité électrique

La poudre est suspendue dans un fluide, lequel est traversé par un courant électrique. La conductivité électrique des particules de métal est liée directement à la surface spécifique de cette poudre. Sachant les courants à l'entrée et à la sortie, on peut déterminer à l'aide d'une formule empirique la taille moyenne des particules de cette poudre.

### c) La technique d'adsorption

Un gaz est adsorbé par la poudre en mouvement seulement en surface ensuite on étudie la différence de pression de l'entrée et la sortie à travers une colonne de poudre.

### d) La technique optique

On utilise un faisceau de lumière qui traverse un nuage de poudres. La quantité de lumière à la sortie est proportionnelle à la surface projetée des particules [8].

### e) La technique de diffraction des rayons-x

Cette technique est basée sur la mesure de la largeur du pic de diffraction à la mihauteur du spectre caractéristique. Plus la taille des particules est grande plus la largeur du pic est grande. Il est important de noter que la comparaison entre les différentes distributions obtenues par ces différentes techniques n'est valable que lorsque le paramètre de mesure est le même. [9].

### f) Caractérisation de la forme des particules

La forme des particules est une caractérisation importante qui doit être tenue en compte pour une utilisation optimale des matériaux en poudre. Le comportement des poudres métalliques tels que la vitesse d'écoulement (coulabilité), la densité apparente, la compressibilité sont tous influencés par la forme et la taille des particules, celle-ci est en fonction du procédé de fabrication, selon la figure 1.4 [7].

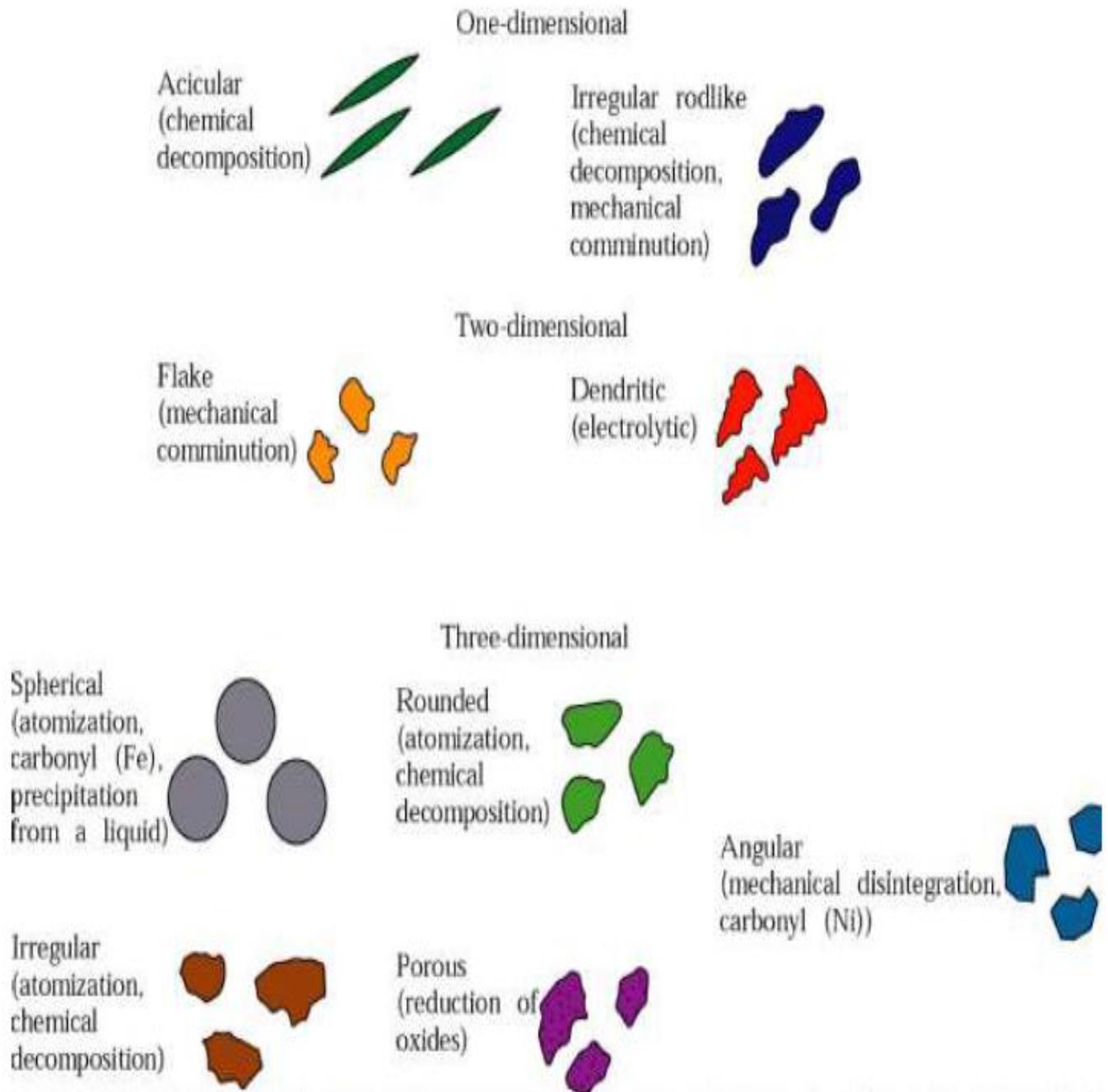
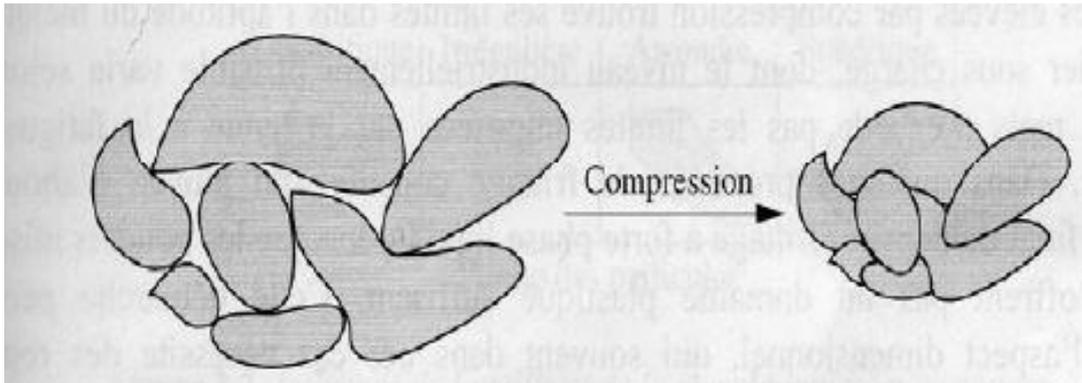


Figure 1.4. Les différentes formes des particules de poudre et leur méthode d'obtention [7].

## 1.4. Compactage des poudres

### 1.4.1. Définition

Il s'agit de mettre en contact les particules pour favoriser leur frittage ultérieur et d'obtenir un comprimé dont la forme et les dimensions sont proches de celles de la pièce finie. Afin d'obtenir des propriétés mécaniques élevées, on recherche dès cette opération une forte masse volumique, autrement dit une porosité résiduelle assez faible. Cependant avant le compactage, certaines opérations de préparation de la poudre sont nécessaires.



**Figure 1.5. Compression de grains de poudre [3].**

La poudre présente généralement des hétérogénéités granulométriques à cause du phénomène de ségrégation, d'où la nécessité de faire des opérations de mélange et de lubrification qui sont plus importantes avant le compactage des poudres. Le mélange est nécessaire pour assurer une répartition uniforme et une meilleure lubrification des particules de poudre. Le frottement est diminué par la lubrification, qui facilite l'éjection du comprimé et améliore la densification. Les lubrifiants sont solides ou liquides, les plus utilisés sont l'acide stérique, les stéarates métalliques ou les résines synthétiques. Le compactage est l'étape durant laquelle la majeure partie de densification a lieu.

Le comprimé doit avoir une résistance telle qu'il puisse être éjecté et manipulé sans risque de cassure. Cette résistance dépend de la pression appliquée et du type de poudre.

Le compactage est le plus souvent uni-axial mais, comme cela conduit à certaines limitations de forme, d'autres moyens sont parfois employés tels que le compactage isostatique. Il existe d'ailleurs de nombreuses méthodes dont le développement industriel est souvent faible mais qui montrent bien la flexibilité du procédé.

## 1.4.2. Densification de la poudre

Deux phénomènes se produisent lors de la compression, le réarrangement des grains et leur déformation plastique, qui vont aboutir à la densification de la poudre utilisée.

- a. **Réarrangement des grains** : Le réarrangement des grains se traduit par des déplacements solides accompagnés de fracturations ou fragmentation. Il intervient principalement dans les premiers instants de la compression, sous faible contrainte axiale. Cette phase de densification présente pour toutes les poudres, est plus ou moins importante suivant la morphologie des grains, la distribution granulométrique, la nature et la quantité de lubrifiant utilisé. Le réarrangement est facilité par la présence de grains aux formes arrondies.
- b. **Déformation des grains** : Lorsque les contraintes appliquées atteignent un niveau important, les grains, dont les déplacements sont progressivement bloqués, subissent des déformations élastiques et plastiques. Les déformations élastiques contribuent peu à la densification, si elles augmentent avec la limite d'élasticité du matériau constitutif et diminuent avec leur module élastique, elles sont pour la plupart restituées au cours de l'éjection des comprimés. Ces déformations associées aux retours élastiques des outils provoquent des contraintes au sein du comprimé. A l'inverse l'aptitude des grains à se déformer plastiquement va permettre leur indentation, entraînant une diminution de la porosité intra-granulaire [3].

## 1.4.3. Distribution des contraintes et de la densité

Lorsqu'on applique une pression sur une colonne de poudre emprisonnée dans une enceinte, celle-ci évolue principalement dans la direction de la compression. Dans le cas des poudres métalliques, la distribution de la contrainte et de la densité dépend de la forme du comprimé et du mode de compactage. Plusieurs approches théoriques ont été faites pour trouver la relation mathématique entre la pression appliquée et la densité. Pour de basses pressions, Balshin a proposé la relation suivante [10]:

$$\ln P = A.V + B$$

Où :

$P$  est la pression appliquée (MPa) ;

$V$  est le volume relatif (%) ;

$A$  et  $B$  sont des constantes avec  $A$  dépendante du module d'élasticité.

La relation la plus utilisée est proposée par Heckel, sous la forme suivante :

$$P = \frac{1}{K} \left[ B + \ln \frac{1}{1-d} \right]$$

Où :

$d$  est la densité du comprimé

$P$  est la pression appliquée

$K$  et  $B$  sont des constantes, déterminés graphiquement à partir de la courbe :

$$\ln \frac{1}{1-d} = f(P)$$

Des expériences pratiques, mener sur différentes poudres, ont montrés que cette relation est linéaire, sauf aux basses pressions (<100 MPa)

## 1.4.4. Relation entre les paramètres de compactage

### a. Densité et pression

La compression a un effet direct sur le compactage. Selon Heckel, la densité de comprimé augmente avec la pression appliquée, d'après l'équation suivante :

$$\ln \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = -K.P$$

Où :

$\varepsilon$  est la porosité fractionnelle,

$\varepsilon_0$  est la porosité apparente au début de la compression,

$P$  est la pression appliquée,

$K$  est une constante de proportionnalité.

Mais cette équation ne tient pas compte des mécanismes de compactage tel que, par exemple, le réarrangement des particules. C'est ainsi qu'elle a été modifiée comme suit :

$$\ln \varepsilon = B - K_1.P - K_2.P$$

Où  $K_1$  et  $K_2$  sont des constantes caractéristiques des mécanismes de densification et  $B$  le facteur relatif aux réarrangements.

### b. Résistance et densité.

Le manque d'uniformité structurale du comprimé favorise la création des pores qui avantagent la formation de fissures et de larges gradients de densité et réduisent dès lors, la résistance du comprimé.

Dans la plupart des cas, la résistance  $R$  de l'aggloméré varie avec la densité  $d$  selon:

$$R = C \cdot R_0 \cdot d^m$$

Avec :

$m > 1$ ,

$C$  est une constante,

$R_0$  est la résistance du matériau dense ( $\text{MN.m}^{-2}$ ).

La surface et la qualité du contact des particules déterminent la résistance de l'agglomère. En effet, un grand contact, une rugosité élevée et une taille fine des grains donnent une grande résistance de l'aggloméré.

### **c. Résistance et pression de compactage.**

Des relations empiriques montrent que pour de faibles pressions, la résistance augmente avec la pression comme l'indique l'équation suivante:

$$R = R_0 \cdot P \cdot B$$

Où  $B$  est une constante qui dépend du matériau.

Cependant, à haute pression, la ductilité de l'aggloméré est très faible du fait de l'écrasement, ce qui rend la résistance plus faible [8].

## **1.4.5. Techniques de compactage**

### **a. Compactage axial à simple et double action**

Pour réaliser cette opération, on utilise des outils simples tels que : la presse, la matrice et les poinçons. Pendant le compactage aux matrices rigides, une pression verticale ou horizontale est appliquée à la poudre à travers un ensemble de poinçons qui à leurs tours mobilisent une pression latérale perpendiculaire à l'axe de la matrice. Si l'un des poinçons est fixe, l'autre est mobile, ce compactage est appelé : compactage à simple action. Si tous les poinçons sont mobiles, ce compactage est appelé : compactage à double ou multi-action, figure 1.6.

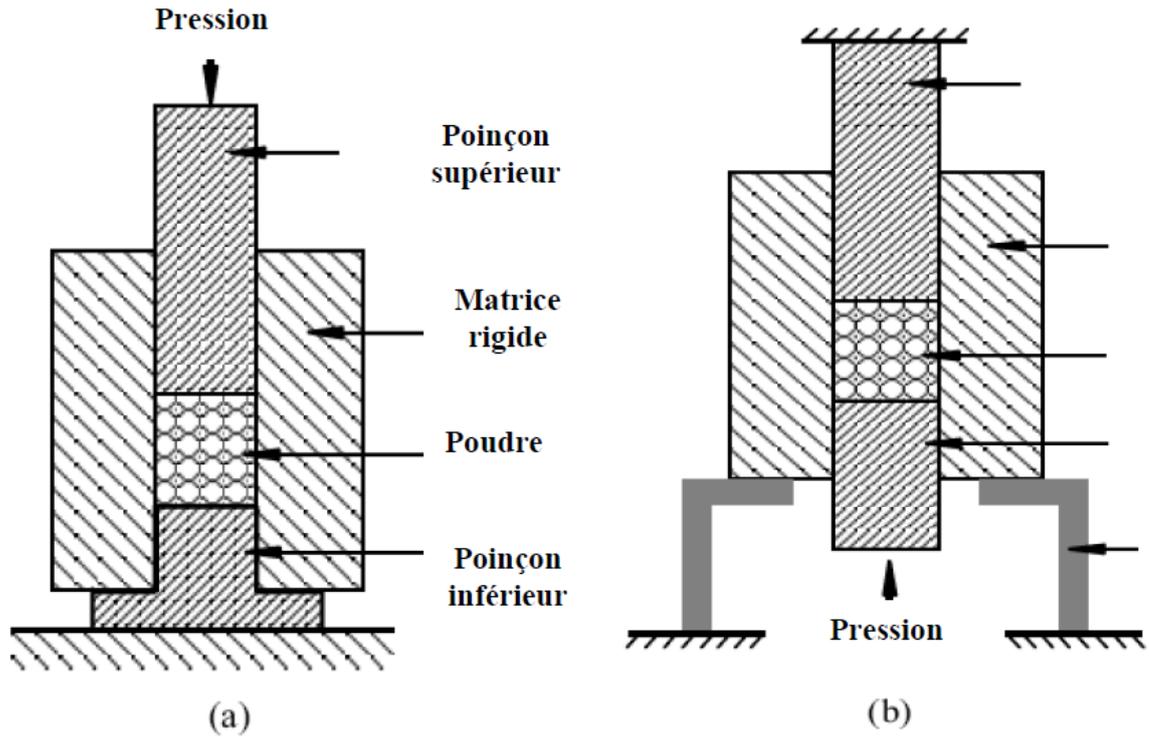


Figure 1.6. a) compactage à simple action, b) compactage à double action [11].

## b. Compression isostatique

La pression appliquée à la pièce est uniforme sur l'ensemble de la surface. Pour réaliser le compactage, la poudre est scellée dans une enveloppe flexible en caoutchouc immergée dans un fluide sous pression tel que montré sur la figure 1.7. Les surfaces externes de la poudre sont soumises à une pression isotropique

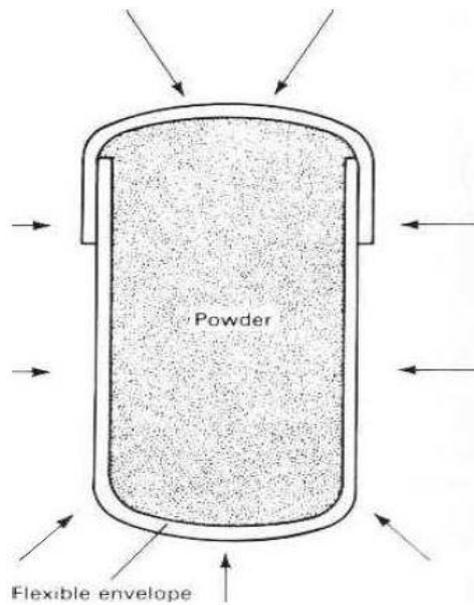


Figure 1.7. Dispositifs de compactage isostatique [11].

Cette méthode présente l'avantage de donner une meilleure uniformité de la densité et la possibilité de réaliser des pièces de formes compliquées. Toutefois, on enregistre quelques inconvénients tels que la difficulté de contrôler les dimensions et les rythmes de production bas.

## c. Compression isostatique à chaud

Contrairement aux procédés mentionnés ci-dessus, ce procédé met en jeu une source de chaleur et ne nécessite pas l'étape de frittage par la suite. La pression est appliquée par un gaz généralement l'argon. L'installation comprend donc une enceinte haute pression contenant un four à résistance. Les caractéristiques classiques des installations sont une pression maximale de 200 MPa et une température maximale de 2000°C avec un four en graphite et 1600°C avec un four en molybdène. La figure 1.8 schématise les différentes étapes du processus menant de la poudre à la pièce de forme.

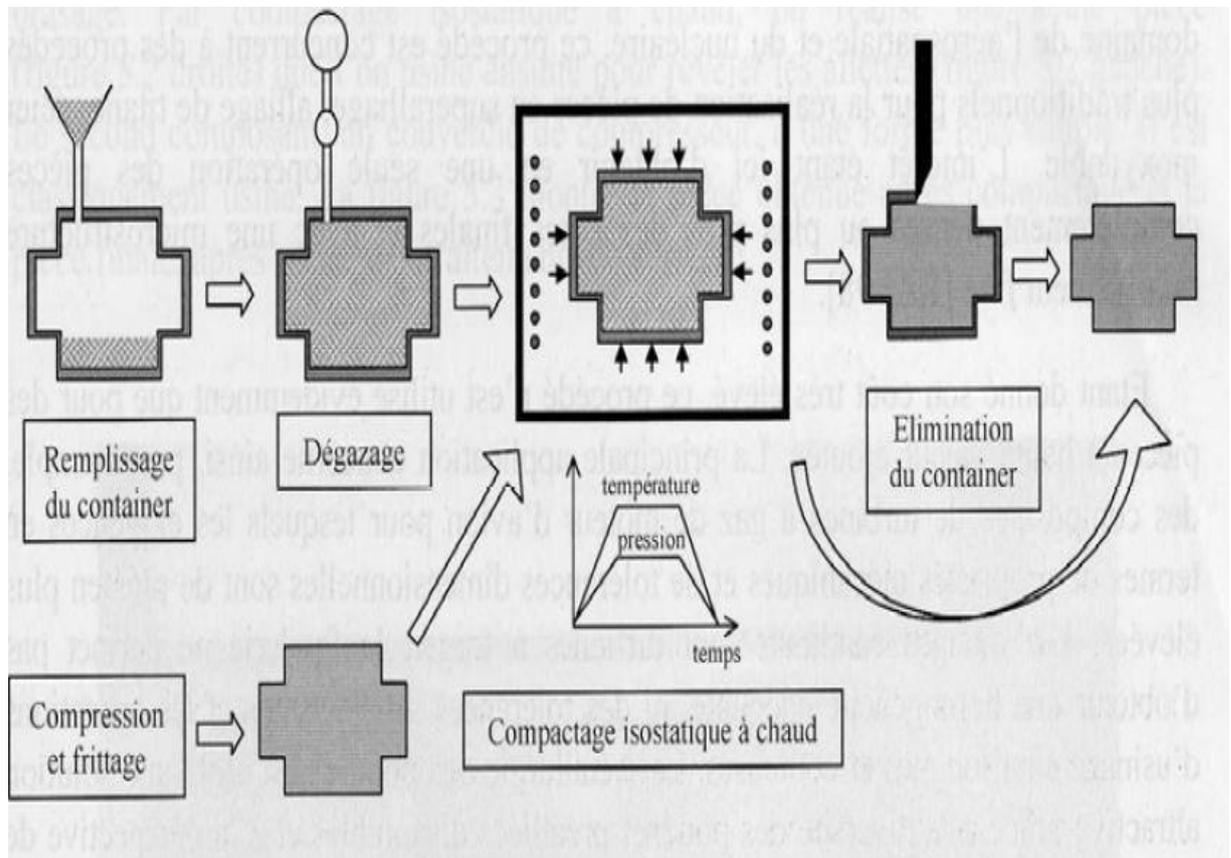


Figure 1.8. Schéma du procédé de compactage isostatique à chaud [12].

## d. Compression par laminage

Ce procédé est utilisé pour la fabrication de plaques métalliques. La méthode consiste à comprimer les poudres entre deux rouleaux en rotation, ce qui permet d'avoir une production en continu. La densité du produit comprimé dépend de la morphologie de la poudre mais c'est surtout le frottement entre la poudre et les rouleaux et la géométrie de la zone de compression qui sont les facteurs dominants du procédé.

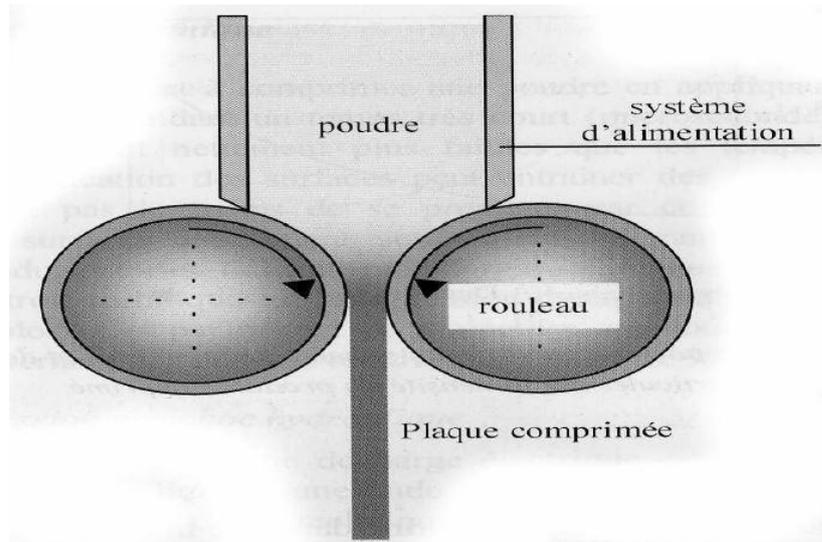


Figure 1.9. Procédé de compression laminage [12].

## e. Compression par impact de projectile

Un projectile guidé par un canon est propulsé par la détonation d'un explosif (soit la détente d'un gaz, soit par champ magnétique) vient percuter la poudre pour la comprimer (figure 1.10). Des vitesses d'impact de plus de 2000 m/s sont réalisables par des canons à gaz et plus encore par des canons magnétiques [3]

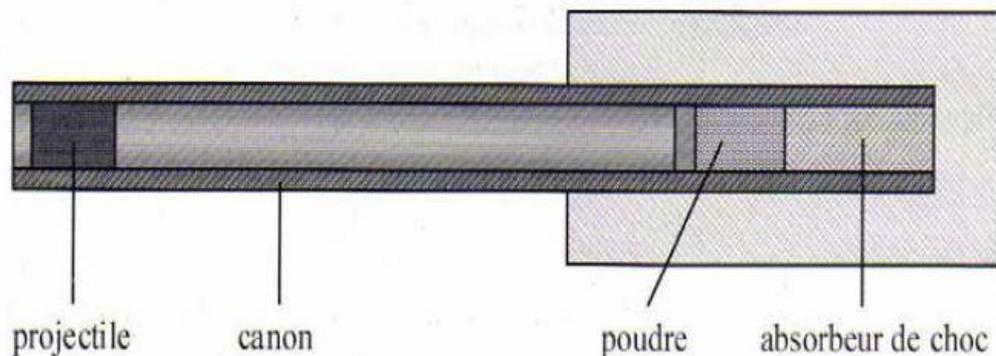


Figure 1.10. Principe de fonctionnement d'une installation de compression par projectile [3].

## 1.5. Frittage des poudres

La dernière étape dans la production des matériaux par mdp est la consolidation par frittage, au cours de laquelle la pièce acquiert la résistance et les dimensions du composant final. Le frittage est un traitement thermique effectué à une température au dessous du point de fusion du composant principal du matériau qui permet la génération de liaisons fortes entre les particules par diffusion de matière. Dans la plupart des cas, le frittage est accompagné d'un retrait (réduction des dimensions de la pièce) et donc d'une densification (réduction de volume de la pièce). Le cycle de frittage comprend généralement une période de chauffage à la température de frittage, ensuite une période isotherme et finalement un refroidissement. Les vitesses de chauffage et refroidissement doivent être contrôlées pour éviter une fissuration, surtout dans les matériaux céramiques. L'élimination des lubrifiants et liants ajoutés à la poudre avant la mise en forme se déroule au début de la période de chauffage. Le palier isotherme permet la croissance des liaisons inter-particulaires et la densification du matériau et entraîne parfois un grossissement de grains [11].

Il existe deux types de frittage:

- Le frittage en phase solide : il s'effectue à une température telle qu'il n'y ait fusion d'aucun des constituants du système pendant l'opération de frittage.
- Le frittage en phase liquide : l'un des constituants, au moins, est en phase liquide et un autre au moins reste en phase solide. Il se produit lorsqu'on est en présence d'un mélange de poudres de métaux, dont l'un est à bas point de fusion. La température de frittage est supérieure à la température de fusion du composant le plus facilement fusible, de telle sorte que ce dernier baigne la phase solide résiduelle pendant tout ou partie de la durée de l'opération [12].

### 1.5.1. Energies du frittage.

#### a. Energie de surface.

Considérons une poudre ou un comprimé qui a une surface spécifique ( $\sigma$ ). Cette poudre possède une énergie de surface maximale ( $W$ ) et son état est dit instable, cette énergie qui mesure la force motrice du frittage se réduit alors progressivement pendant le frittage, grâce à la réduction de la surface libre associée de la poudre. En effet, la progression du frittage par l'élimination de la porosité, réduit considérablement la surface libre du système (et donc son énergie de surface), et le matériau fritté ainsi obtenu est dit alors dans un état énergétique plus stable. L'équation ci-dessous permet de donner l'énergie de surface ( $W$ ) par

gramme de poudre, exprimée en fonction de la tension superficielle ( $\gamma$ ) et la surface spécifique de la poudre ( $\sigma$ ) [12, 13]

$$W = \gamma \cdot \sigma$$

## **b. Energie relative à l'existence de gradients de défauts physiques.**

Au point de contact inter-particules, la concentration en lacunes change, soit en excès, soit en défaut (manque) selon le sens de courbure de la surface concave ou convexe. En effet dans les surfaces concaves (pores) nous avons un excès en lacunes. Par contre, dans les surfaces convexes (particules) nous avons un défaut en lacunes.

L'établissement d'un gradient de concentration en lacunes entre ces deux surfaces, constitue une énergie motrice qui provoque la diffusion des lacunes depuis les pores (considérés comme des sources à lacunes) vers l'intérieur des particules (considère comme des siphons à lacunes). Ce mouvement de lacunes est suivi par une diffusion inverse d'atomes depuis ces mêmes particules vers les pores qui se remplissent ainsi en matière jusqu'à leur fermeture.

## **c. Energie liée à l'existence d'un gradient de contraintes**

Il est établi que la pression de vapeur au niveau d'une surface concave est inférieure à la pression de vapeur d'équilibre, alors que celle au niveau d'une surface convexe est supérieure. Le gradient de contraintes établies entre la surface concave et la surface convexe est susceptible de créer un transfert de matière, par évaporation – condensation, qui aura tendance à accroître la surface du cou et fermer la porosité

### **1.5.2. Mécanisme de frittage.**

Sous l'action des gradients de contraintes et de concentration en lacunes, la matière aura tendance à converger vers la surface du cou qui, elle, est source de lacunes. La source de matière peut être soit le joint inter-particules, soit la surface des particules loin de la surface des ponts, ou alors les mailles cristallines. Les mécanismes de frittage se distinguent par les sources et les chemins de transfert de la matière. Pour une même source de matière, différents chemins pourront être établis

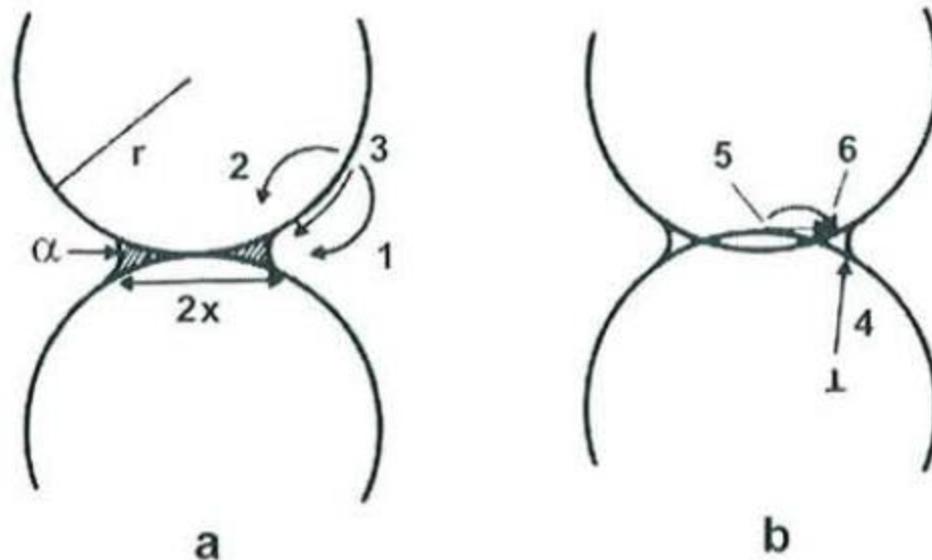
- A partir de la surface des grains, la matière peut diffuser par la voie gazeuse. Ce processus correspond au mécanisme d'évaporation-condensation. L'énergie motrice est due au fait qu'il y ait un excès de pression loin de la zone de raccordement et un défaut

# Métallurgie des poudres

de pression au voisinage de cette zone. Un transfert de matière s'établira alors par la phase gazeuse, depuis la surface libre des particules vers la surface externe du cou afin de diminuer l'énergie libre du système.

- La matière peut encore passer, depuis la surface des particules loin des cous, par l'intérieur des grains. Ce processus correspond au mécanisme de diffusion en volume. L'énergie motrice provient du fait qu'il y ait un excès de lacunes au voisinage de la surface des ponts de raccordement et un défaut au voisinage de la surface des particules, loin de ces ponts. La source de matière est la surface externe des particules loin des ponts.
- La matière peut également passer de la couche superficielle du matériau vers la surface latérale du cou. Ce processus correspond au mécanisme de diffusion superficielle. L'énergie motrice provient du fait qu'il y ait un excès de lacunes au niveau du pont, alors qu'il y a un défaut au niveau de la surface des particules. Afin de diminuer l'énergie libre du système, un transfert de lacunes excédentaires s'établira depuis le pont de raccordement vers la surface voisine des particules, suivie d'un mouvement inverse d'atomes depuis ces surfaces vers le cou, ici le chemin de diffusion est la surface des particules.
- A partir du centre de joint inter-particules (l'interface établie entre les particules), la matière peut passer à travers ce joint vers la surface externe du pont de raccordement. On parle donc de mécanisme de diffusion inter-granulaire. L'énergie motrice est due à l'écart dans la concentration en lacunes des surfaces voisines au pont de raccordement par rapport au joint inter-particules. Par conséquent un flux de lacunes s'établira entre les joints inter-particules et les surfaces externes des ponts, suivit toujours d'un mouvement opposé d'atomes vers les ponts.
- Sous l'effet des mêmes forces motrices responsables du mécanisme de diffusion intergranulaire, la matière passe depuis l'intérieur du joint inter-particules vers la surface externe du pont, mais cette fois le chemin est le volume des particules. On parle donc de mécanisme de diffusion en volume de type Nabarron-Herring.

- Il est possible également que la matière diffuse depuis les dislocations contenues dans les grains vers la surface du pont, mettant en jeu des déformations plastiques du matériau. Le chemin de diffusion est le volume des particules [14].



**Figure 1.11. Gradients de potentiel chimique et chemins de diffusion au cours du frittage de deux sphères [14].**

### 1.5.3. Les stades du frittage

Durant le frittage, on distingue trois stades pour l'évolution microstructurale

#### 1er Stade :

Le premier stade correspond à la formation et à la croissance des ponts. Au fur à mesure que les ponts grossissent, les gradients de courbure à la surface diminuent. La structure des pores est ouverte et ils sont totalement interconnectés. La force motrice durant ce stade est le gradient de concentration en lacune au niveau du cou qui guide le transport de matière.

#### 2e stade:

Ce stade est caractérisé simultanément par l'arrondissement des pores, la densification et la croissance des grains. La structure des pores devient plus régulière mais reste interconnectée. Initialement les pores sont localisés à l'intersection des joints de grains, avec une géométrie très irrégulière, qui avec le temps se rapproche de la forme cylindrique.

Durant le frittage l'intersection entre les pores et joints de grains peut prendre deux formes:

- Les pores peuvent être entraînés par les joints de grains durant le grossissement du grain.
- Les joints de grains peuvent se séparer des pores, les laissant isolés à l'intérieur du grain.

## 3e stade:

Ce dernier est un processus lent où les pores auparavant de forme cylindrique, s'effondrent pour former des pores complètement sphériques, rétrécissent au fur à mesure par transfert de matière depuis les joints de grains et depuis le cœur des grains. La migration des joints de grains peut alors entraîner une croissance de grains et éventuellement une séparation des pores et des joints de grains. La cinétique de densification à ce moment peut être considérée comme étant négligeable, car les derniers pores s'éliminent doucement avec le temps à cause de l'énergie motrice restante très faible [3, 8].

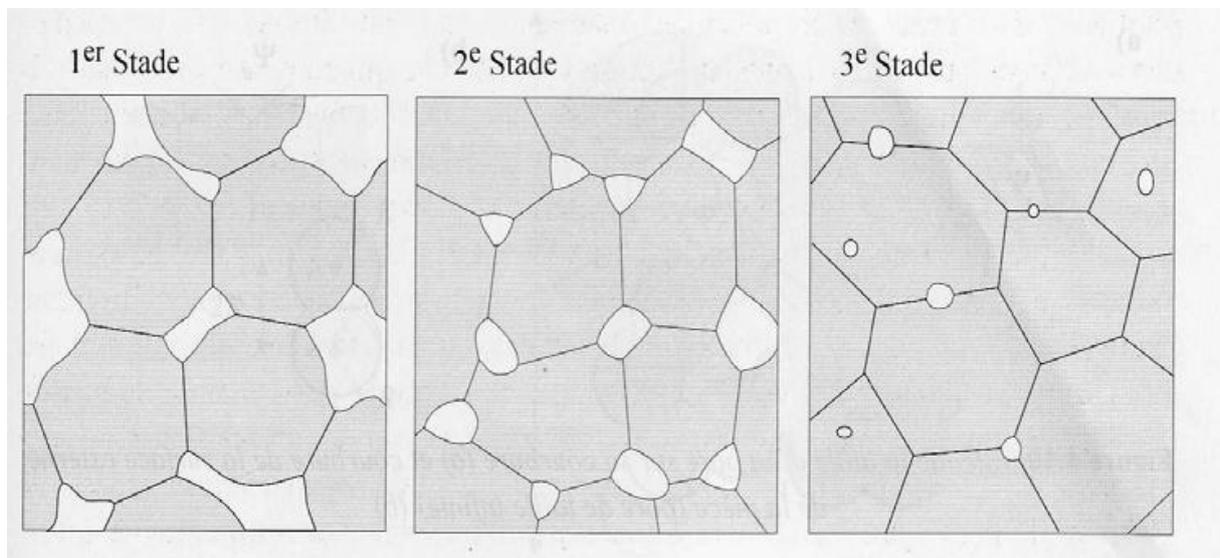


Figure 1.12. Schématisation des trois stades de frittage [3].

## 1.5.4. Facteurs influençant sur le frittage

Il existe un certain nombre de paramètres qui influent sur le frittage et leur variation va ainsi agir sur la nature et qualité de la pièce frittée. Parmi ces paramètres on trouve :

- La température
- Le temps
- La densité à vert
- L'atmosphère

## a. La température :

En général, plus la température est élevée, plus le frittage se produit rapidement. Elle est difficile à définir théoriquement, car elle dépend de nombreux facteurs. On admet que la température minimale de frittage, à partir de laquelle le maintien durant un temps limité permet l'obtention des caractéristiques essentielles, est voisine des deux tiers ou des trois quarts de la température de fusion en ( $^{\circ}\text{K}$ ).

## b. Le temps :

Il peut s'étendre de quelques minutes à une heure et plus rarement jusqu'à plusieurs heures. C'est le facteur important pour le développement de la diffusion en volume, de la recristallisation et du grossissement des grains avec réduction de la porosité. Du point de vue des propriétés mécaniques, le temps de frittage a pour effet de modifier, à divers degrés, la limite élastique en traction, la résistance mécanique, ainsi que le pourcentage d'élongation des pièces frittées. Un temps de frittage plus long aura pour effet d'augmenter ces propriétés. De plus, plus le temps de frittage est long, plus les changements dimensionnels risquent d'être importants, jusqu'à une certaine limite, au-delà de laquelle les changements se produisent moins rapidement. Il est généralement recommandé d'augmenter la température de frittage, plutôt que le temps de frittage, pour obtenir des frittages plus complets [15].

## c. La densité à vert :

Plus la densité à vert est faible, plus il y a de frittage et plus les changements dimensionnels sont importants. De plus, la distribution de densité dans une pièce est un facteur tout aussi important que la valeur de la densité à vert en ce qui concerne les dimensions finales des pièces soumises au frittage, une densité non-uniforme étant la cause de gauchissements des pièces et de retraits dimensionnels non uniformes [16].

## d. L'atmosphère :

L'atmosphère de frittage a comme rôle principal de brûler le lubrifiant présent dans la poudre, de réduire les oxydes et d'aider la diffusion complète et uniforme d'éléments tels que le cuivre et le carbone [17, 12].

# Métallurgie des poudres

Les atmosphères les plus utilisées sont :

- **Atmosphères endothermiques :** Ces atmosphères sont constituées d'un mélange d'azote, d'hydrogène et monoxyde de carbone CO obtenu par craquage dans un réacteur ou générateur endothermique d'un mélange d'un hydrocarbure gazeux (méthane, propane ou butane) et d'air passant sur un catalyseur tel que le Nickel chauffé aux environ de 1000° C.
- **Hydrogène :** L'hydrogène sec est un gaz de protection très réducteur à partir de 300 °C. En particulier, il réduit la plupart des oxydes métalliques en métaux. L'hydrogène humide peut être décarburant selon la température du four, le temps de maintien en température, la quantité de vapeur d'eau dans le four et la teneur en carbone dans l'acier. L'effet décarburant de l'hydrogène est négligeable en dessous de 700 °C.
- **Vide :** L'atmosphère sous vide est essentiellement un manque d'atmosphère. Elle est utilisée principalement pour le frittage des aciers inoxydables, aciers à outils, et des métaux réfractaires qui réagissent aux autres atmosphères.

## 2. Tréfilage

### 2.1. Introduction

Le tréfilage est un procédé plus important dans l'industrie de notre siècle. Ce procédé de mise en forme est utilisé pour la fabrication de fils métalliques par la diminution du diamètre des fils en une, ou plusieurs passes de réduction, sous l'action d'une traction continue jusqu'à l'obtention de la section désirée. Par ailleurs, le tréfilage a été par le passé, et continue d'être le sujet de plusieurs recherches qui ont pour but l'amélioration des caractéristiques mécaniques et électriques des fils [18].

### 2.2. Définition

Le tréfilage est une technique de mise en forme à froid des métaux qui permet de réduire la section d'un fil, par déformation plastique, en le tirant à travers l'orifice calibré d'une filière sous l'effet combiné d'application d'un effort de traction et d'un effort radial de compression et en présence d'un lubrifiant. Cette déformation s'obtient par glissement suivant certains plans et directions de glissement grâce au déplacement de dislocations. Après déformation, une partie de ces dislocations reste piégée à l'intérieur des grains. Dans ce cas, la structure est dite écrouie et les propriétés du métal sont modifiées. Le tréfilage a pour effet de (durcir) le métal et de diminuer ses possibilités de déformation ultérieure. Voilà pourquoi on est amené à recuire le métal soit pour poursuivre le tréfilage à froid, soit pour redonner aux produits finis des propriétés de plasticité suffisante [19].

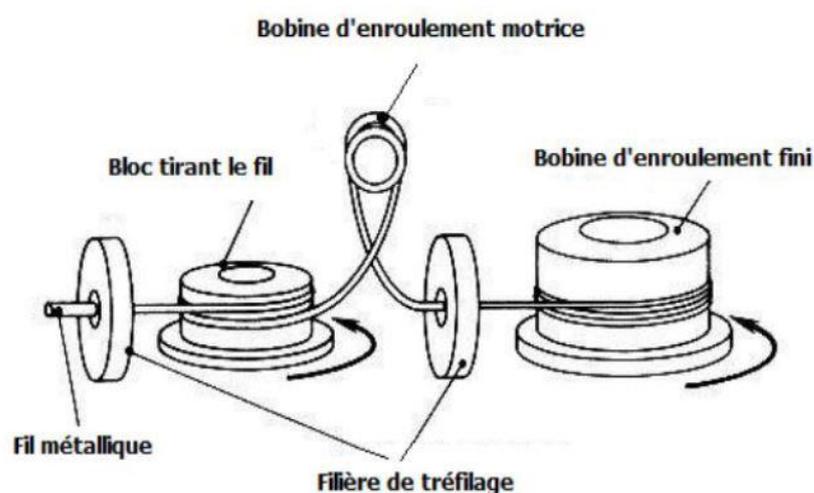


Figure 2.1. Principe du tréfilage [20]

# Tréfilage

Différents paramètres caractérisent le tréfilage, le plus importants sont la vitesse et la température de tréfilage, la géométrie des filières et les conditions de frottement, mais également par la structure et les propriétés du matériau qui déterminent sa capacité à subir une déformation élevée en tréfilage. Les matériaux le plus utilisés dans le cadre d'applications industrielles sont l'acier, le cuivre, l'aluminium et le tungstène. Les applications des produits mise en œuvre par cette technique, qui peuvent être utilisés en soudage, câbles, agrafes, vis et boulons, ressorts, aiguilles, anneaux, boucles et crochets, armatures de pneumatiques.

Au fur et à mesure que le fil s'écroute sa limite d'élasticité croît plus rapidement que la résistance et finit par tendre vers la même valeur, sa résistance à la traction augmente et tend vers une valeur limite et son allongement baisse rapidement et ne décroît par la suite que lentement [21].

L'allongement du fil  $\lambda$  :

La conservation du volume, entre l'entrée et la sortie de filière, au cours de la déformation plastique permet d'écrire que  $S_e l_e = S_f l_s$

Nous avons alors :

$$\left(\frac{l_s}{l_e}\right) = \left(\frac{R_e}{R_s}\right)^2$$

Avec  $l_e$ ,  $l_s$  longueurs initiales et finales de fil

-la réduction du fil :  $r = 1 - \left(\frac{R_e}{R_s}\right)^2$

-la déformation :  $\varepsilon = \ln \lambda = 2 \ln\left(\frac{R_e}{R_s}\right)$

$R_e$  : Rayon d'entrée

$R_s$  : Rayon de sortie

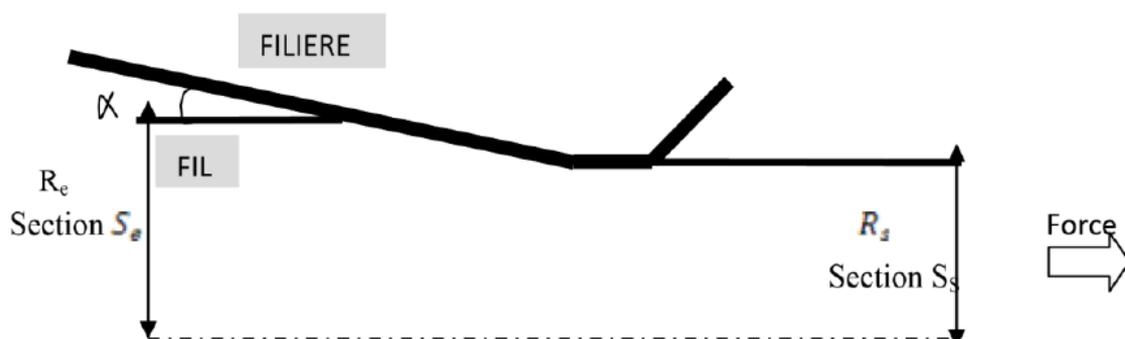


Figure 2.2. Schéma d'une passe de tréfilage [21]\*

## 2.3. Machines et outils en tréfilage

### 2.3.1. Machine simple

Les organes principaux des machines de tréfilage sont :

- **Les organes d'entraînement**
- **Les bobines d'enroulement** servant de cabestan pour la traction du fil à travers la filière, comportant en général à leur base une zone appelée chasse dont le profil est tel que chaque nouvelle spire chasse la précédente pour prendre sa place au cours de l'enroulement et permette ainsi une bonne accumulation des diverses spires en vue d'un dévidage ultérieur correct ; tout en faisant diminuer progressivement la contrainte de traction du fil
- **Les supports de filières ou mandrins** précédés, dans le cas des tréfilages à sec, d'un réservoir de lubrifiant (par exemple : stéarate) que le fil traverse pour l'entraîner vers la filière ; des dispositifs de refroidissement énergétique de la filière sont prévus sur ces supports [22].

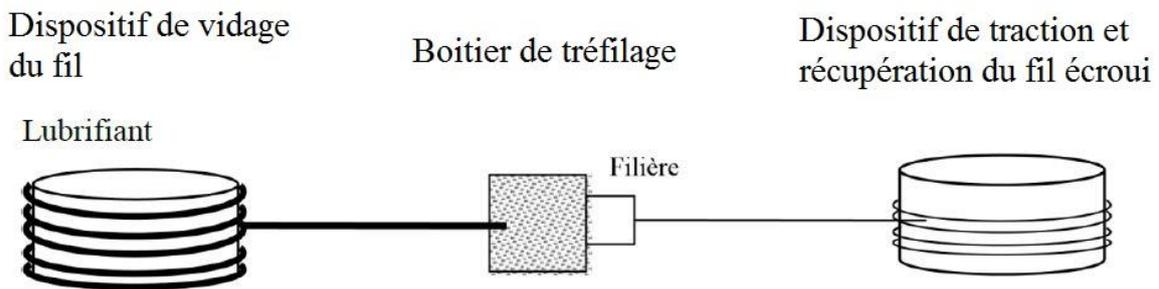


Figure 2.3 Schéma du principe d'une machine de tréfilage simple [23]

### 2.3.2. Filière

La filière constitue l'élément fondamental de l'opération de tréfilage. Elles sont généralement en carbure de tungstène mais peuvent aussi être en diamant, ou en céramique. La surface intérieure des filières est constituée d'une succession de formes de révolution à génératrices rectilignes :

- le cône d'entrée permet l'entraînement du lubrifiant ayant un angle entre  $18^\circ$  et  $20^\circ$ ;
- le cône de travail D ayant un angle compris entre  $60^\circ$  et  $140^\circ$  ;
- portée cylindrique, dont la longueur est comprise entre  $1/3$  et  $1/2$  du diamètre à obtenir
- cône de sortie ou chanfrein de dégagement [22].

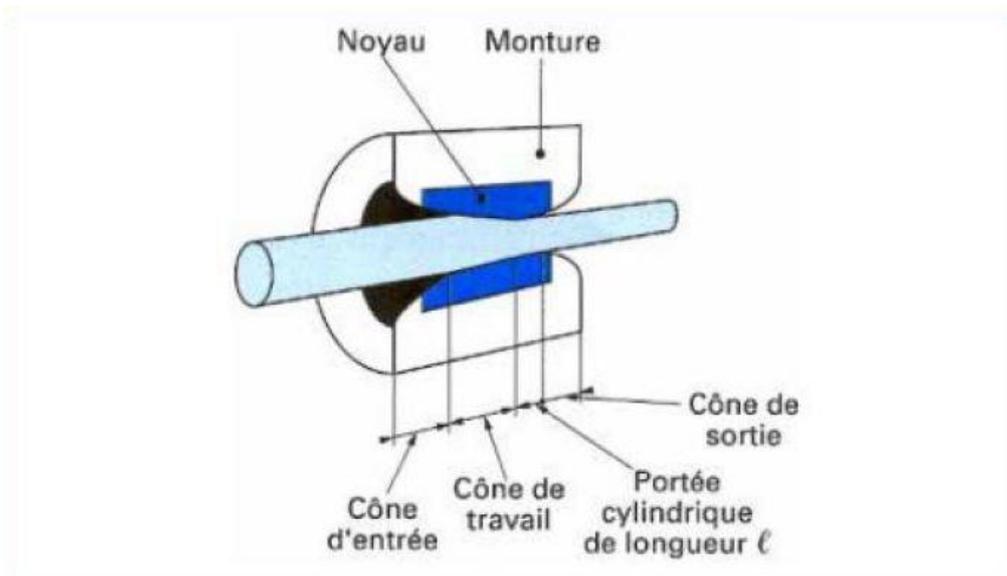
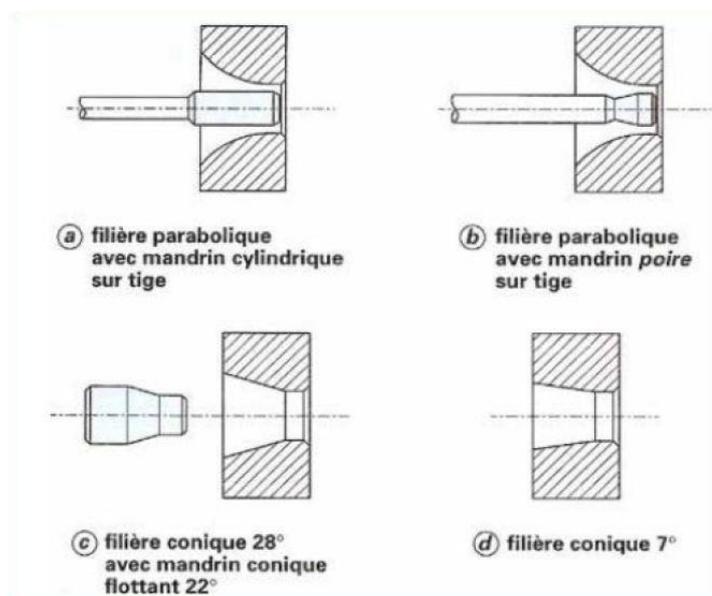


Figure 2.4 Profil d'une filière [22]

### 2.3.3. Mandrins

Ils sont assortis aux filières et au produit à étirer :

- mandrin flottant utilisé essentiellement pour l'étirage des tubes en couronne
- mandrin long permettant un taux d'érouissage important, trois fois supérieur à un mandrin court mais nécessitant une opération de dé mandrinage (retrait du mandrin de l'intérieur du tube, qui oblige généralement à gonfler le tube)
- mandrin fixe à longue portée permettant d'obtenir des tolérances dimensionnelles très serrées
- mandrin fixe de forme *poire* assurant un aspect de surface intérieur très brillant [24].



2.5 Outillage pour tréfilage [24]

## 2.3.4. Lubrification

L'utilisation d'un lubrifiant est capitale au cours du procédé pour limiter le frottement et l'usure. Son rôle est de diminuer les forces d'étirage, d'éviter les échauffements excessifs aux grandes vitesses, et d'améliorer ainsi la durée de vie des outils et du fil.

En général, pour les gros et moyens diamètres, ce sont des savons qui sont utilisés (tréfilage à sec) : il s'agit de corps pulvérulents composés d'une matière grasse (sel métalliques d'acides gras) et de charges minérales. Le rôle de ces lubrifiants est de former un film suffisamment épais sur le fil de manière à éviter toute interaction entre le métal et la filière qui pourrait conduire à une dégradation de l'état de surface [25].

## 2.4. Paramètres du tréfilage

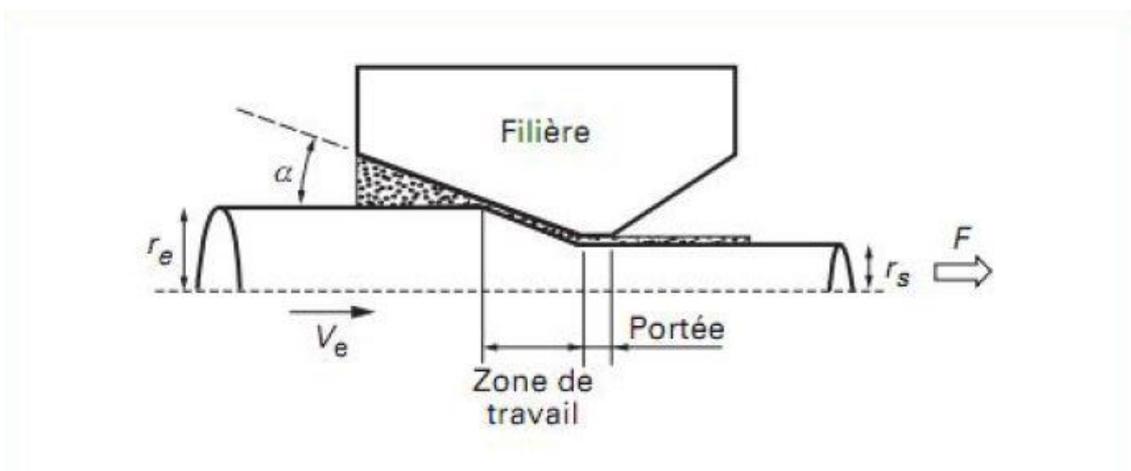
Afin d'optimiser l'opération du tréfilage, il est nécessaire d'identifier et d'analyser les principaux facteurs intervenant lors du tréfilage on particulier si ces paramètres influent sur le phénomène d'usure des filières [26].

### 2.4.1. Vitesse de déformation

Les vitesses de déformation du métal dépendent essentiellement de la vitesse d'entrée du fil dans la filière, du taux de réduction et de l'angle de la filière. Ces vitesses varient de quelques dizaines de  $s^{-1}$  à plusieurs centaines de  $s^{-1}$ . En partant du modèle de borne supérieure d'Avitzur on peut obtenir une expression approchée de la vitesse de déformation au point de contact du fil avec la filière en fin de la zone de travail ; qui est donnée par la relation [27]:

$$\dot{\varepsilon} \approx 2V_e \frac{r_e^2}{r_s^3} \sin \alpha$$

Les paramètres de cette équation sont définis par la figure 2.6



2.6 Passage d'un fil dans une filière [27]

## 2.4.2. Force de tréfilage

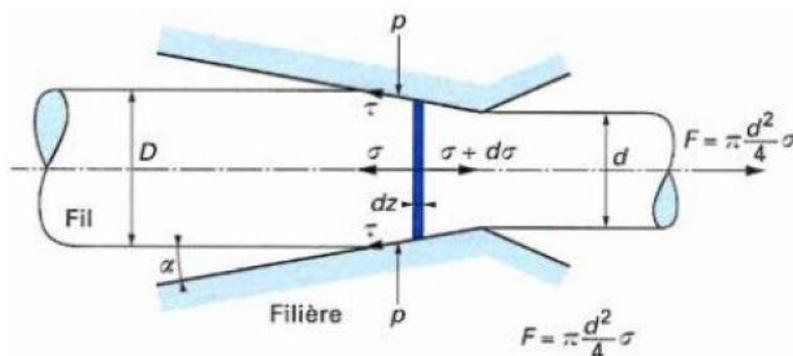
Le fil est tiré au travers de la filière par une force de traction. L'écoulement plastique du métal est rendu possible par l'action combinée de la traction axiale et de la compression radiale imposée par la filière. A l'interface fil-filière, s'exerce en plus de la pression latérale imposée par la filière, un cisaillement fonction des conditions de frottement. La force nécessaire pour tréfiler le fil est donc la somme de la force nécessaire pour déformer plastiquement le fil et de la force nécessaire pour vaincre le frottement [28].

À défaut de solution mathématique rigoureuse, des formules ont été établies, donnant des valeurs approchées des forces nécessaires au tréfilage. Ces formules cumulent :

- l'effort principal de déformation ;
- l'effort de frottement sur la paroi ;
- les pertes par cisaillement interne dues à l'inclinaison provisoire des fibres du métal lors de son passage à travers la filière.

Le contact lubrifié fil-filière, se traduit par un cisaillement, représenté par un coefficient de frottement ( $\mu$ ). Le fil est caractérisé, par sa contrainte d'écoulement plastique ( $\sigma_0$ ) et les diamètres d'entrée ( $D_0$ ) et de sortie ( $D_1$ ). Différents modèles ont été proposés pour évaluer l'effort de tréfilage à appliquer ( $F$ ), pour tirer le fil à travers la filière. On peut trouver la contrainte de tréfilage ( $\sigma$ ) en fonction de la déformation appliquée  $\varepsilon$  selon les modèles de Siebel et Bonzel [29] :

$$\sigma = \sigma_0 \varepsilon \left( 1 + \frac{\mu}{\alpha} + \frac{3\alpha}{4\varepsilon} \right); \text{ Avec } \varepsilon = \ln \left( \frac{D_0}{D_1} \right)^2$$



- $D$  diamètre d'entrée du fil
- $d$  diamètre de sortie du fil
- $F$  force de tréfilage
- $p$  pression de contact
- $\alpha$  demi-angle de la filière
- $\sigma$  contrainte de tréfilage
- $\tau$  cisaillement de frottement à l'interface

Figure 2.7 Décomposition des forces au cours de l'écoulement en filière

La force de tréfilage  $F$  est obtenue par multiplication de  $\sigma$  par l'aire de la section finale du fil  $S$  [29].

$$F = \sigma \cdot S$$

La formule permet d'estimer la force et la puissance de tréfilage, si l'on se donne la vitesse de tréfilage, et ainsi la conception des tréfileuses [22].

### 2.4.3. Frottement

Le frottement génère une augmentation de la force de tréfilage et de la température au cours de l'opération et peut causer plusieurs défauts comme les rayures sur les fils et l'usure de la filière. Pour le minimiser il faut faire un ajustement optimal des paramètres de tréfilage (réduction du fil, angle de filière, et/ou une bonne utilisation des lubrifiants) [25].

### 2.4.4. Echauffement du fil

L'énergie de tréfilage est dissipée et chauffe fil et filière. Aux vitesses pratiques, l'opération peut être considérée comme adiabatique et, à la sortie de la filière, l'échauffement  $\Delta\theta$  du fil s'uniformise rapidement à une valeur donnée par la formule suivante [22] :

$$\Delta\theta \approx \frac{F_U}{\rho C}$$

Avec :

$\rho$  : masse volumique du fil ;

$C$  : capacité calorifique massique du fil.

Pour certains matériaux, les températures des fils peuvent être élevées, il est donc important d'avoir un système de refroidissements entre les passes pour éviter une dégradation, ou une modification de la structure des fils pendant le tréfilage [22].

## 2.5. Ecrouissage

La déformation du fil au cours de l'étirage à travers la filière provoque une modification générale de ses propriétés. La variation des caractéristiques mécaniques : résistance, limite d'élasticité, allongement, striction, retient tout particulièrement l'attention du tréfileur.

En règle générale, on entend par degré d'écrouissage ou taux d'écrouissage la réduction de section relative [22].

- L'allongement (A%) :  $A(\%) = \frac{L_{i+1} - L_i}{L_i}$

Où,

$L_i$  est la longueur initiale du fil.

$L_{i+1}$  la longueur du fil à la sortie de la filière

- Le coefficient d'allongement  $\mu$  :  $\mu = \frac{L_{i+1}}{L_i}$
- Le taux de déformation  $\varepsilon$  :  $\varepsilon = \ln \frac{L_{i+1}}{L_i}$

Au fur et à mesure que le fil s'écrouit, une variation des caractéristiques est constatée :

- Sa résistance à la traction augmente et tend vers une limite.
- Sa limite d'élasticité croît plus rapidement que la résistance et finit par tendre vers la même valeur.
- L'allongement baisse rapidement et ne décroît par la suite que lentement.

Ces conséquences sont exploitées en tréfilage, pour obtenir des fils avec des caractéristiques de résistance à la traction, de limite d'élasticité et d'allongement définies en fonction de l'utilisation ultérieure [29].

## 3. Le cuivre et ses propriétés

### 3.1. Introduction

Matériaux utilisé depuis la préhistoire, le cuivre fait parti des métaux les plus demandés dans l'industrie puis qu'il occupe la troisième place dans la production mondiale. L'important besoin en cuivre est du à ses excellentes propriétés physique, chimique et mécanique.

Métal extrêmement ductile et malléable, aussi bien à chaud qu'à froid, le cuivre, après l'argent, est le meilleur conducteur de chaleur et d'électricité et ses remarquables propriétés anticorrosion lui confèrent d'importantes débouchés dans l'industrie.

**Tableau 1 Répartition des réserves mondiales de cuivre par continent [30]**

Continent	Quantité (Mt)	Répartition (%)
Amérique du nord	55	16,3
Amérique du sud	130	38,6
Europe	49	14,5
Afrique	22	6,5
Asie	70	20,8
Océanie	11	3,3
Total	337	100

### 3.2. Alliages à haute teneur en éléments d'addition

Ce sont spécialement les alliages Cuivre-Zinc appelés Laitons et les alliages Cuivre-Etain appelés Bronzes, il existe d'autres alliages comme Cu-Al, Cu-Pb et Cu-Ni mais ils sont nettement moins importants et peu utilisés comparés aux Bronzes et Laitons [20].

Il faut savoir que les alliages de cuivre monphasés  $\alpha$  peuvent acquérir par écrouissage des caractéristiques mécaniques intéressantes. La propriété la plus intéressante des bronzes monphasés  $\alpha$  écrouis est l'absence de toute déformation rémanente sous des charges déjà élevées, même maintenues longtemps.

## 3.2.1. Les laitons

Les laitons sont des alliages à base de cuivre et de zinc renfermant de 5 à 45 % de ce dernier.

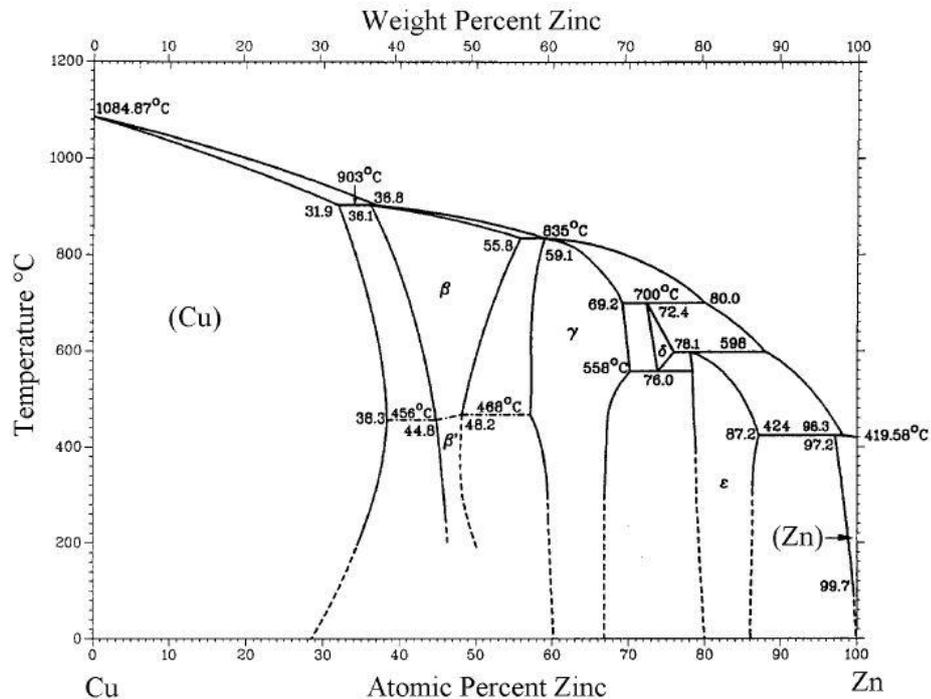


Figure 3.1 Diagramme de phase du système Cuivre-Zinc [31]

Les laitons se séparent en trois catégories :

### a. Les laitons simples :

Ce sont ceux qui sont constitués uniquement de cuivre et de zinc. Au-dessous de 36% de zinc, notamment dans la gamme de 30 à 36 %, ces laitons présentent une aptitude très élevée au formage à froid permettant, par exemple, des emboutissages profonds. Au-dessus de 36% de zinc, les aptitudes au formage à chaud (filage, matriçage) et à l'usinage deviennent prépondérants.

### b. Les laitons au plomb : (Zn = 33 à 42%, Pb = 1 à 3,5%)

Ces alliages sont particulièrement destinés à l'usinage à grande vitesse de coupe. Selon leurs teneurs en zinc et en plomb, ces laitons peuvent satisfaire des exigences de mise en oeuvre très variées :

- décolletage pur : Cu-Zn 40 Pb3,
- décolletage et légères déformations à froid : Cu-Zn 36 Pb3,
- matriçage avec reprises d'usinage Cu-Zn 39 Pb2,
- frappe à froid avec reprises d'usinage Cu-Zn 35 Pb2.

# Le cuivre et ses propriétés

## c. Les laitons spéciaux :

Leur teneur en cuivre est comprise entre 52 et 70% et ils renferment, outre le zinc, différents éléments d'additions, seuls ou associés, dans les proportions suivantes :

$$\begin{aligned} \text{Al} \leq 5 \%, \quad \text{Ni} \leq 5 \%, \quad \text{Fe} \leq 3 \% \\ \text{Mn} \leq 4 \%, \quad \text{Sn} \leq 2 \%, \quad \text{Pb} \leq 3 \%. \end{aligned}$$

L'addition de ces éléments améliore nettement les caractéristiques mécaniques, l'aptitude au frottement et la résistance à la corrosion.

Les caractéristiques mécaniques des laitons sont fortement influencées par la teneur en zinc (et en éléments d'additions pour les laitons spéciaux), par l'écroutissage et, à l'état recuit, par la grosseur du grain [32].

**Tableau 2 Propriétés physiques et mécaniques du zinc**

<b>Élément : Zn (A= 65.38, Z=30)</b>	
Conductivité thermique [ $\text{Wm}^{-1}\text{k}^{-1}$ ]	113
Température d'ébullition [ $^{\circ}\text{C}$ ]	907
Tension superficielle [ $\text{mN cm}^{-1}$ ]	7,8
Résistivité électrique [ $\mu \Omega \text{ cm}$ ]	5,92
Limite d'élasticité [MPa]	160 à 200
Viscosité [Pa.s]	$3,17 \cdot 10^{-3}$
Réseau cristallin	HC
Température de fusion [ $^{\circ}\text{C}$ ]	419
Potentiel de réduction [ENH]	-0,763 V
Densité [ $\text{kg m}^{-3}$ ]	7134

# Le cuivre et ses propriétés

## 3.2.2. Les bronzes

Le bronze est un alliage de cuivre avec addition d'étain (5 à 20%), bien que cette dénomination soit improprement utilisée pour désigner parfois d'autres alliages cuivreux tels que les cupro-aluminiums, les cupro-bérylliums ou les laitons au manganèse.

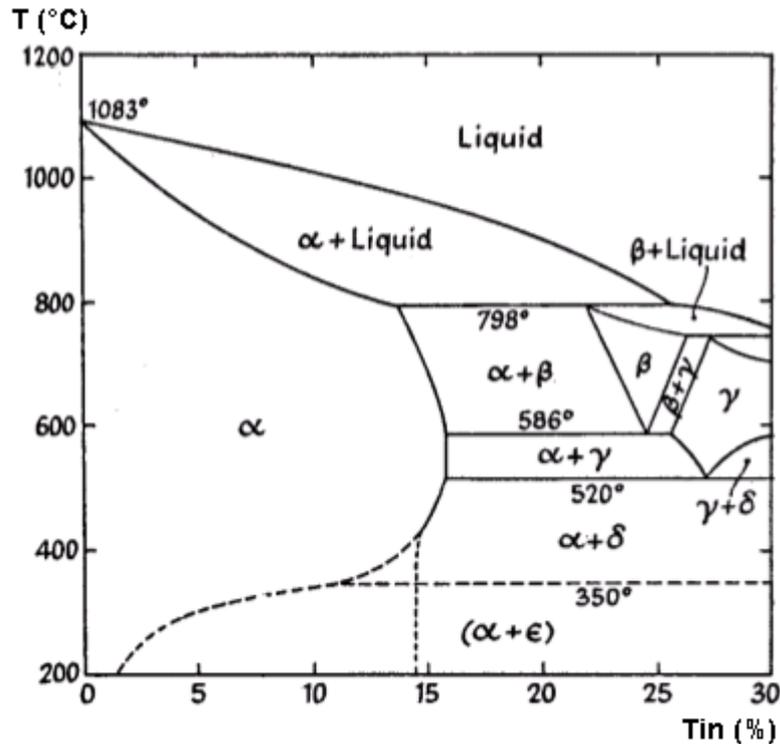


Figure 3.2 Diagramme de phase du système Cuivre-Etain [31]

On distingue essentiellement trois types de bronze :

### a. les bronzes au plomb

L'addition massive de plomb dans les bronzes se heurte à deux difficultés principales. La première vient de la non miscibilité du cuivre et du plomb à l'état liquide pour les teneurs allant de 36 à 92,5% de plomb. Cette non miscibilité s'accompagne, en raison de la différence de densité, d'une hétérogénéité impossible à éviter. Le plomb étant pratiquement insoluble dans les bronzes à l'état solide, la deuxième difficulté tient à l'intervalle de solidification qui s'étale sur plus de 700°C, depuis le point de fusion du cuivre jusqu'à celui de plomb (1083 à 327 °C).

Le plomb en proportion faible, facilite la coulée, et notamment combat la porosité des pièces de fonderie. Il facilite également l'usinage.

# Le cuivre et ses propriétés

## b. Les bronzes au zinc

Il s'agit de cupro-étain avec addition de 4 à 10 % de zinc. Dans le métal liquide, le zinc agit comme désoxydant et facilite dégazage du bain. L'addition de zinc a pour effet de diminuer la dureté de la solution solide  $\alpha$  et augmenter d'autres parts la coulabilité de cette phase. Il a pour effet, la diminution de la proportion de la phase ( $\delta$ ), ce qui améliore la malléabilité de l'alliage.

## c. Les bronzes au phosphore

Ils contiennent entre 0,01 et 0,5 %, provenant de l'excès utilisé pour la désoxydation et qui, aux plus fortes teneurs, améliore les propriétés de frottement. En raison de leur excellente aptitude au moulage, les bronzes sont surtout des alliages de fonderie. Néanmoins, certaines nuances à moins de 10 % d'étain, sont utilisées à l'état corroyé sous forme de barres, tôles, bandes, rubans, fils et tubes [32].

**Tableau 3 Propriétés physique et mécaniques de l'étain**

Elément : Sn (A= 118.7, Z=50)		
Conductivité thermique [ $\text{Wm}^{-1}\text{k}^{-1}$ ]	62,8	
Température d'ébullition [ $^{\circ}\text{C}$ ]	2270	
Viscosité de l'étain liquide [ $\text{Pa.s}$ ]	$2,71.10^3$	
Résistivité électrique [ $\mu \Omega \text{ cm}$ ]	11 à ( $0^{\circ}\text{C}$ )	
Charge de rupture [MPa]	14,8	
Dureté Brinell [ $\text{MNm}^{-1}$ ]	3,9	
Réseau cristallin	Blanc $\beta$ quadratique	Gris $\alpha$ cubique
Température de fusion [ $^{\circ}\text{C}$ ]	231,9	
Potentiel de réduction [ENH]	-0,14 V	
Densité [ $\text{kg m}^{-3}$ ]	Sn blanc( $\beta$ ) 7290	Sn gris ( $\alpha$ ) 5770

# Le cuivre et ses propriétés

## 3.3. Propriétés physiques et mécaniques du cuivre

Le cuivre est un matériau diamagnétique de structure cristalline cubique à faces centrées (c.f.c.), son paramètre de maille est égal à 3,608Å à 18°C. Il a une température de fusion de 1084°C, une masse volumique variant entre 8,89.103 et 8,92.103 kg/m<sup>3</sup> à 20°C (selon la teneur en oxygène) et une résistivité électrique variant entre 1,724 à 1,682 μΩ .cm à 20°C. Les propriétés essentielles de ce matériau sont sa conductivité électrique (C) et thermique qui sont particulièrement élevées, cette dernière est très influencée par la teneur en oxygène. Le coefficient de dilatation linéaire (de 20° à 300°C) est de 17,6.10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup>, c'est-à-dire 50% plus important que l'acier. Les propriétés mécaniques dépendent surtout de l'écroutissage et de la pureté du matériau [33].

**Tableau 4 Principales propriétés physiques et mécaniques du cuivre [33]**

<b>Élément</b>			
<b>Cu (M = 63,54, Z = 29)</b>			
Propriétés physiques			
Enthalpie de fusion	211850 J/kg		
Température de fusion	1065° à 1083°C		
Coefficient de dilatation (en 10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup> )	de -190° à 16°C	14,1	
	de 25° à 100°C	16,8	
	de 20° à 200°C	17,3	
	de 20° à 300°C	17,7	
Capacité thermique massique (en J/ (Kg.K))	20°C	386	
	100°C	393	
	200°C	403	
	900°C	528	
Conductivité thermique (en W/(m.K))	20°C	400	
	100°C	385	
	200°C	381	
	300°C	377	
Conductivité électrique (%IACS)	(état recuit)	20°C	100 à 102,5
		100°C	76
		200°C	58
	(état écroui)	20°C	97
Résistivité électrique ρ (en μΩ.cm)	(état recuit)	20°C	1,724 à 1,682
		100°C	2,27
		200°C	2,95
	(état écroui)	20°C	1,78 à 1,70

# Le cuivre et ses propriétés

<b>Propriétés mécaniques</b>				
<b>Etat de livraison</b>	<b>Rp 0,2</b>	<b>Rm (MPa)</b>	<b>Allongement (A%)</b>	<b>Durté Vickers HV</b>
<b>Recuit</b>	<b>70</b>	<b>230</b>	<b>45</b>	<b>50</b>
<b>¼ dur</b>	<b>190</b>	<b>270</b>	<b>25</b>	<b>80</b>
<b>½ dur</b>	<b>250</b>	<b>300</b>	<b>14</b>	<b>100</b>
<b>4/4 dur</b>	<b>320</b>	<b>350</b>	<b>6</b>	<b>110</b>

*L'état de recuit signifie 0% d'écrouissage  
¼ dur : 10% d'écrouissage  
½ dur : 25% d'écrouissage  
4/4 dur : 50% d'écrouissage  
Rp0,2 limite élastique à 0,2% d'allongement*

## 3.4. Propriétés chimique du cuivre

Le cuivre ne se dégrade pas dans l'air sec à la température ambiante. Lorsqu'on le chauffe, il s'oxyde, devient rouge brun ( $\text{Cu}_2\text{O}$ ), puis noir ( $\text{CuO}$ ). Cette oxydation se produit sans incandescence. Il s'altère lentement dans l'acide chlorhydrique, est dissous rapidement dans l'acide nitrique et décompose l'acide sulfurique concentré et chaud. Bien qu'il ne décompose pas l'eau, il se recouvre dans l'air humide, d'une couche imperméable de *vert-de-gris* qui le protège contre une corrosion éventuelle.

La fusibilité du cuivre est médiocre, il ne convient pas pour la fabrication d'objets moulés, car il se solidifie rapidement et donne une masse bulleuse.

C'est, après l'argent, le métal qui conduit le mieux la chaleur et l'électricité d'où son utilisation dans la confection de batteries de cuisine, chaudières à évaporer, cuves de brasseries, alambics, serpentins, fils et câbles pour lignes de transport d'énergie électrique [20].

# Le cuivre et ses propriétés

## 3.4.1. L'oxygène dans le cuivre

La solubilité de l'oxygène dans le cuivre est de 0,007% à 300°C et 0,01% à 950°C. Au dessus de la saturation il y a formation de  $\text{Cu}_2\text{O}$ , qui s'isole au joint de grains et diminue la forgeabilité. En faible teneur, il améliore la conductibilité électrique ; il est nécessaire pour l'obtention de lingots sans retassure. L'oxygène influence la solubilité de l'hydrogène ; l'expérience montre que le meilleur équilibre oxygène-hydrogène se situe aux environs de 0,00003% d'hydrogène et 0,045-0,055% d'oxygène. Lorsque l'on désire un minimum d'oxygène dans le cuivre, on le désoxyde par perchage et l'on continue par incorporation d'éléments donnant des produits de réaction solides (phosphore, calcium, béryllium, etc.) [20].

## 3.4.2. Résistance à la corrosion

Les alliages à haute teneur en Cu ont une résistance à la corrosion analogue à celle du cuivre non allié qui présente une remarquable tenue dans de nombreux milieux corrosifs. Le cuivre figure parmi les métaux les plus nobles, au sens thermodynamique, après les métaux précieux [34].

**Tableau 5 Potentiels d'équilibre standards mesurés par rapport à l'électrode à hydrogène [34]**

Métal	$E^\circ$ (V)	Métal	$E^\circ$ (V)
Magnésium	-2,37	Etain	-0,14
Aluminium	-1,66	Plomb	-0,13
Titane	-1,63	Hydrogène	0
Zinc	-0,76	Antimoine	+0,15
Chrome	-0,74	Bismuth	+0,31
Fer	-0,45	Cuivre	+0,34
Cadmium	-0,40	Argent	+0,80
Cobalt	-0,28	Platine	+1,18
Nickel	-0,26	Or	+1,69

Dans les alliages, les éléments d'addition comme Ni, Al, Sn, As améliorent considérablement la résistance du cuivre à différents types de corrosion. D'autres comme Fe et Zn peuvent l'altérer ou l'améliorer suivant les cas.

## 3.5. Domaines d'utilisation et d'applications du cuivre

Le secteur de la construction électrique est le premier consommateur du cuivre et de ses alliages (50 % des utilisations). Le deuxième secteur est le bâtiment (20 %) où des usages en toitures offrent des opportunités intéressantes. Le troisième secteur est celui des biens d'équipements (15 %). Le secteur du transport, avec 5 %, représente une part croissante de la consommation. Des usages divers et nouveaux apparaissent, notamment dans le domaine de la haute technologie ; ils s'élèvent à 10 % (sels de cuivre, électronique, supraconducteurs, alliages à mémoire de forme, supraconducteurs à base d'oxyde de cuivre).

### 3.5.1. Le brasage

Le brasage des métaux est un procédé d'assemblage permanent qui établit une continuité métallique entre les pièces réunies. Contrairement au soudage, il n'y a pas fusion des bords assemblés. Selon les cas il peut y avoir ou non-utilisation d'un métal d'apport.

Le mécanisme du brasage est la diffusion / migration atomique de part et d'autre de l'interface solide/solide dans le cas d'un brasage sans métal d'apport et de l'interface solide/liquide/solide lorsqu'un métal d'apport est utilisé, processus obtenu par action calorifique et/ou mécanique.

Le brasage est très largement utilisé comme technique d'assemblage dans les industries de pointe telles l'aérospatiale, l'aéronautique, l'automobile ainsi que la conception de petites pièces creuses aux profils compliqués et en métal noble (micro-mécanique de précision, prothèses, capteurs, etc.).

Concernant les techniques de brasage mettant en œuvre la chaleur, on distingue [35] :

- le brasage tendre qui met en œuvre des températures inférieures à 450 °C ;
- le brasage dur ou fort, incluant le soudo-brasage, qui met en œuvre des températures supérieures à 450 °C. Par exemple, les brasures eutectiques argent-cuivre, titane-nickel ou encore titane-cuivre-nickel peuvent avoir des températures de fusion comprises entre 600 °C et 900 °C, les brasures de cuivre et de laiton les moins coûteuses ont une température de fusion comprise entre 700 °C et 1 180 °C.

# Le cuivre et ses propriétés

## 3.5.2. Le cuivre et le brasage

Le brasage du cuivre sur lui même mais aussi du cuivre sur l'inox (304L, 316L ou 316LN pour les brides à couteaux en raison des hautes températures du four), sous vide ( $P \leq 10^{-5}$  mbar), est le procédé le plus souhaitable. Son avantage est l'absence d'oxydation et de réaction avec le gaz libre ou le gaz du flux. Ainsi, le cuivre n'est pas fragilisé comme on l'observe lorsque l'on brase sous hydrogène. Il n'y a pas non plus sous vide de formation de  $\text{CuO}_2$  de fragilisation. Dans ce cas, le remplissage par le mélange de brasure est meilleur et on évite les fuites virtuelles. De plus, le dégazage des pièces durant le brasage sous vide est favorable aux matériels destinés à l'ultravide [35].

## 4. Procédure expérimentale

### 4.1. Introduction

Le but de notre travail est l'élaboration de deux types baguettes de soudage, ou brasures, sans plomb. Ces baguettes seront basées sur un système « cuivre-zinc » (laiton) pour l'une et « cuivre-étain » (bronze) pour l'autre et que l'on cherchera à obtenir par tréfilage d'un comprimé de poudre frittée.

### 4.2. Matériaux et méthodes

#### 4.2.1. Identification des poudres utilisées

Afin d'élaborer nos échantillons de laiton et de bronze, nous utilisons pour notre travail trois sortes de poudres :

##### a. Poudre de cuivre

Il s'agit d'une poudre de cuivre élaborée par l'entreprise « BIOCHEM Chemoparma », par électrolyse et broyage, très fine d'une taille inférieure à 20 $\mu$ m.



Figure 4.1 Poudre de cuivre

Tableau 6 Composition chimique de la poudre de cuivre

Substance insoluble dans l'acide nitrique %	0,02
Phosphore (P) %	Max 0,001
Antimoine (Sb) %	Max 0,001
Arsenic (As) %	Max 0,0001
Plomb (Pb) %	Max 0,01
Manganèse (Mn) %	Max 0,001
Argent (Ag) %	Max 0,002
Étain (Sn) %	Max 0,001
Fer (Fe) %	Max 0,005

# Procédure expérimentale

## **b. Poudre de zinc**

Il s'agit d'une poudre de zinc élaborés par l'entreprise « BIOCHEM Chemopharma » par explosion d'un gaz dissous. Avec une très bonne coulabilité, elle contient 0,003% de nitrogène (N).



**Figure 4.2 Poudre de Zinc**

## **c. Poudre d'étain**

Elaborée par l'entreprise espagnole « PRS Panreac », elle a été obtenue par atomisation. Elle contient 0,07% de plomb (Pb)



**Figure 4.3 Poudre d'étain**

# Procédure expérimentale

## 4.2.2. Préparation des échantillons

Nous pesons les proportions nécessaires à la réalisation de nos comprimés, le pourcentage massique de la phase  $\alpha$  homogène recherchée pour le laiton est de 25%, donc pour l'obtention de 60gr de poudre à compactée nous prenons 15gr de zinc et 45gr de cuivre.

Pour le bronze, le pourcentage massique de la phase recherchée est de 0,5%. Nous pesons alors 0,3gr d'étain et 59,7gr de cuivre.

Nous avons calculé ces quantités (60gr par mélange) afin d'obtenir le maximum de compacts tout en économisant les poudres disponibles, et cela en prenant compte du volume final des comprimés en utilisant la relation :

$$V_{\text{comprimé}} = \pi \times \left(\frac{\varnothing}{2}\right)^2 \times e$$

Avec

$\varnothing$  est le diamètre du comprimé

$e$  est l'épaisseur du comprimé

Ainsi que la relation de la masse volumique pour tirer la masse totale :

$$m_{\text{totale}} = \rho_{\text{théorique}} \times V_{\text{comprimé}}$$

## 4.2.3. Mélange

Nous mettons nos poudres dans de petites boites en plastique disponibles en pharmacie et laboratoires d'analyses et nous effectuons un mélange mécanique entre une et deux heures, en vas et vient, de gauche à droite et en rotation, tout cela afin d'homogénéiser la répartition des éléments d'additions dans la poudre de cuivre.

## 4.2.4. Compactage

Le compactage est une opération qui consiste à presser une poudre placée à l'intérieur d'une matrice rigide afin d'obtenir un comprimé, ou toute autre forme, destinée à être fritté ultérieurement.



**Figure 4.4 Matériel de compactage**

1. Matrice
2. Poinçon inférieur
3. Poinçon supérieur
4. Poinçon d'extraction

La procédure suivie du compactage :

- Nous lubrifions les poinçons avec du savon solide afin d'assurer une bonne pénétration et extraction de ces derniers.
- Nous insérons le poinçon inférieur en bas de la matrice.
- Nous versons la poudre par l'orifice supérieur de la matrice à l'aide d'un entonnoir, ou bien tout simplement une feuille, qui permet de mieux maîtriser le débit de versement, contrairement à l'entonnoir.
- Nous appliquons des vibrations à la matrice afin de bien tasser la poudre à l'intérieur.
- Nous positionnons le poinçon supérieur et la matrice dans la presse hydraulique et nous commençons à pomper.



**Figure 4.5 L'ensemble matrice-poinçon dans la presse hydraulique**

Nous pompons avec la presse hydraulique afin d'appliquer une pression suffisamment grande au compactage de la poudre, pour des raisons de sécurité on ne dépasse pas les 20MP.

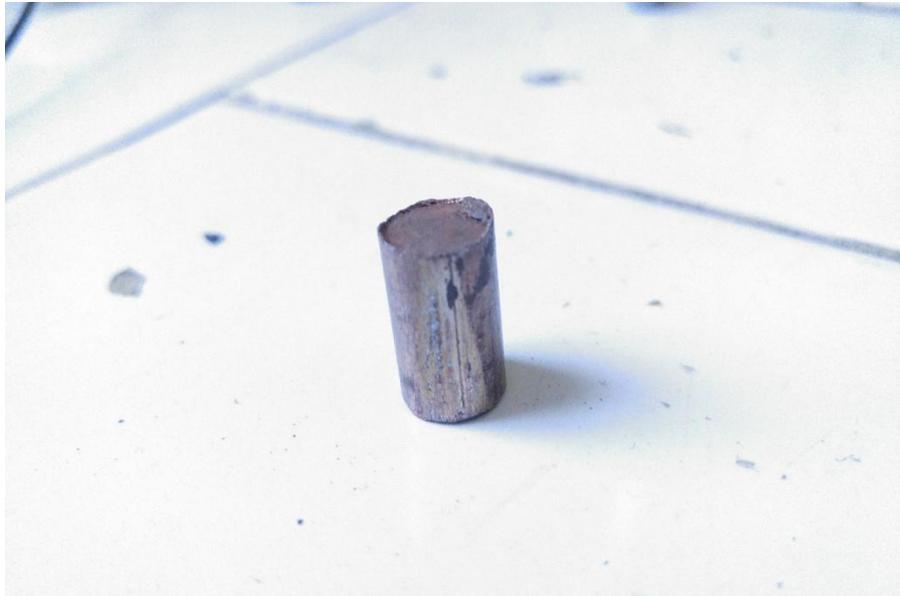
Nous appliquons tout d'abord une pression de 15MPa dans un sens, puis nous relâchons pour inverser la matrice tout en gardant le poinçon supérieur à l'intérieur et tête en bas, nous utilisons le poinçon d'extraction pour le positionner au dessus du de la matrice et du petit poinçon afin d'appliquer une pression de 15MPa dans le deuxième sens. Nous relâchons puis remettons la matrice dans le sens initial et appliquons cette fois une pression de 20MPa sur le poinçon supérieur puis relâchons.

Nous employons cette méthodologie afin de bien comprimer la poudre pour qu'il n'y ait pas de densification d'un seul coté du comprimé, car la densification est plus importante du coté ou la pression est appliquée, c'est-à-dire la partie haute du comprimé, contrairement à la partie basse.

Nous arrivons enfin à la partie la plus délicate, l'extraction, lors de laquelle le comprimé risque de se fissurer et de casser. Nous retournons la matrice et la positionnons tête en bas, après avoir mis en place une feuille pour récupérer le comprimé à sa sortie. Nous plaçons le poinçon d'extraction au dessus du petit poinçon qui est toujours à l'intérieur de la matrice et commençons à pomper.

## Procédure expérimentale

Nous pompons doucement et à rythme régulier pour faire attention au déplacement du comprimé dans la matrice jusqu'à sa sortie et sa récupération. Nous obtenons alors notre échantillon comprimé prêt à être fritté.



**Figure 4.6 Comprimé de laiton**

Il est très important de rappeler l'étape de lubrification des poinçons, car sans elle le matériel risque de s'endommager, dans le sens où les poinçons risquent de se bloquer à l'intérieur de la matrice

Nous effectuons le compactage pour chacun des mélanges, laiton et bronze, pour obtenir un nombre suffisant d'échantillon que l'on va diviser en deux parties :

- Echantillons pour observation
- Echantillon pour tréfilage

# Procédure expérimentale

## 4.2.5. Caractérisation a vert

Afin d'évaluer l'état d'avancement de l'élaboration d'un matériau par la métallurgie des poudres il est nécessaire de calculer la densité du comprimé, ou densité à vert, pour ce faire nous faisons le rapport entre sa masse volumique expérimental et sa masse volumique théorique :

$$d_{vert} = \frac{\rho_{expérimentale}}{\rho_{théorique}} \%$$

Le calcul de la masse volumique expérimentale nous allons tout simplement peser le comprimé à l'aide d'une balance et calculer son volume :  $\rho_{expérimentale} = \frac{m}{V}$

Puis que le comprimé est un cylindre le calcule de son volume de fera par la formule :

$$V = \pi \times \left(\frac{\phi}{2}\right)^2 \times e$$

On mesure le diamètre et l'épaisseur de notre comprimé à l'aide d'un pied à coulisse de marque « STAINLESS HARDENED », dont la précision est au centième de millimètre. Il est recommandé de faire un tarage après chaque mesure pour prévenir tout risque d'erreur.



Figure 4.7 Pied à coulisse digital

# Procédure expérimentale

## 4.2.6. Le frittage

Pour faire notre frittage, nous avons besoin d'un tube de cuivre dit « Ø14 » disponible au niveau des quincailleries, un bout de ce tube est fermé et soudé pour qu'il soit hermétiquement étanche, par l'autre bout nous versons une petite poignée de sable, puis introduisons notre comprimé et le recouvrons par une autre poignée de sable. Le sable fera office de séparateur entre notre échantillon et la paroi du tube afin qu'il n'y ait pas contact et risque de diffusion entre les deux éléments (comprimé et tube).

Le tube est ensuite relié, par un tuyau en caoutchouc, à une pompe électrique qui créera un vide primaire dans l'environnement de l'échantillon



**Figure 4.8 Pompe électrique génératrice de vide primaire**

Une fois le tube bien fermé, nous enclenchons la pompe. Après quelques minutes nous remarquons que le tube en caoutchouc se contracte, ce qui prouve que la pompe est entrain de créer le vide à l'intérieur du tube. Nous introduisons à présent le tube dans un four par un orifice qui se situe sur sa paroi supérieure.

Le four utilisé est un four à résistance électrique de marque « CARBOLITE ENGINEERING SERVICES » (figure 4.9). Ce four peut atteindre jusqu'à 1200°C. Il est équipé d'un voyant d'alimentation, d'un interrupteur et d'un écran de contrôle.

## Procédure expérimentale



**Figure 4.9** Système utilisé pour le frittage

Nous avons fait lors de notre élaboration deux types de frittage pour chacun des mélanges, un en phase solide et un en phase liquide. Pour le frittage en phase solide nous avons expérimenté trois durées de frittage (1h, 2h, 3h) à une température proche de point de fusion de l'élément d'addition, 400°C pour le laiton et 220°C pour le bronze.

Pour le frittage en phase liquide nous avons expérimenté une seule durée (2h) et avons fait varier la température, un frittage à 600°C et un autre à 850°C pour les deux alliages. Le choix de la température est fait en prenant compte de certaines contraintes de sécurité et de protection du matériel utilisé, c'est vrai qu'en frittage liquide il faut se rapprocher le plus possible de la température de fusion de l'élément dominant, or à 850°C le tube en cuivre qui contient notre échantillon subit une certaine dilatation et a force de reproduire nos expériences il finit par se détériorer de manière irréversible. Egalement le tuyau en caoutchouc qui est relié au tube peut fondre à cause de la température élevée. C'est pour cela que les échantillons étudiés pour ce cas sont frittés à 600°C.



Figure 4.10 Comprimé Cu-Zn à 25%wt fritté à 600°C

### 4.2.7. Préparation métallographique

Après le frittage, la moitié des compacts vont être utilisés pour les préparations métallographique et cela dans le but d'étudier les résultats de la manipulation et de constater les effets qu'ont eu les variations de paramètres opérés. Pour ce fait, nous découpons les échantillons une taille appropriée qui permet leur enrobage.

- a. **L'enrobage :** C'est un procédé de moulage qui consiste à envelopper l'échantillon dans une résine polymérisante ou dans une bakélite. Cette opération est nécessaire pour faciliter la manipulation surtout des échantillons minces. Le montage dans la résine auto durcissante se réalise à froid, tandis que le montage dans la poudre de bakélite se réalise à chaud dans une presse.



Figure 4.11 Presse "METAPRESS-A" pour enrobage à chaud

## Procédure expérimentale

- b. Polissage :** Le polissage a pour but l'obtention d'une surface plane, de rugosité minimale et également l'élimination de la couche d'oxyde superficielle dont la microstructure n'est pas représentative du matériau étudié. Il est effectué en deux étapes : la première consiste en un polissage grossier avec des papiers abrasifs de granulométrie décroissante (120, 240, 400, 800, 1000 et 1200). La deuxième est celle du polissage de finition qui permet d'améliorer davantage l'état de surface en utilisant des feutres imbibés de suspensions d'alumine diluées dans l'eau. La granulométrie de la poudre d'alumine utilisée est de 0,05  $\mu\text{m}$ .



**Figure 4.12** Polisseuse

- c. L'attaque chimique :** Après le polissage de finition l'échantillon subit une attaque chimique afin de révéler sa microstructure. Le réactif utilisé est une solution composée de 120 ml d'eau distillée, 50 ml d'acide hydrochlorhydrique (HCL) et de 10g de chlorure de fer (III). Après l'attaque, l'échantillon est immergé dans l'eau distillée puis séché à l'aide d'un séchoir.
- d. L'observation :** L'observation des microstructures a été réalisée à l'aide d'un microscope métallographique de marque OPTIKA M-789, ce dernier est connecté à un ordinateur muni d'un logiciel de traitement d'image (OPTIKA-VIEW). Notre microscope est muni de quatre lentilles de grossissement (x50, x100, x200, x500).



**Figure 4.13 Microscope OPTIKA M-789**

### **4.2.8. Mesure de la micro-dureté**

Les essais de micro dureté sont destinés à définir les propriétés à l'intérieur des grains, soit de la matrice, soit de ses divers constituants, nous utilisons pour ce faite un micro-duromètre muni d'un micro-indenteur de type Vickers et équipé d'un microscope aux grossissements 100 et 500, de charge minimale de 10g et de charge maximale de 1 kg.



**Figure 4.14 Micro-duromètre**

## Procédure expérimentale

L'empreinte est réalisée à l'aide du pénétrateur pyramidal en diamant, sous une certaine charge et pendant un court temps. Nous mesurons les deux diagonales de l'empreinte, et en déduisons la moyenne,  $d$ , qui nous permet de lire directement la valeur HV sur les tableaux, donnant  $HV = f(d)$ , livrés avec le micro- duromètre. Laquelle, HV, est calculée à la base de la formule suivante :

$$H_v = \frac{F}{d^2}$$

Où

- F est la charge appliquée en KN
- $d$  ( $\mu\text{m}$ ) est la moyenne des diagonales
- Charge utilisée : 200 gr
- Temps d'appui : 10 s

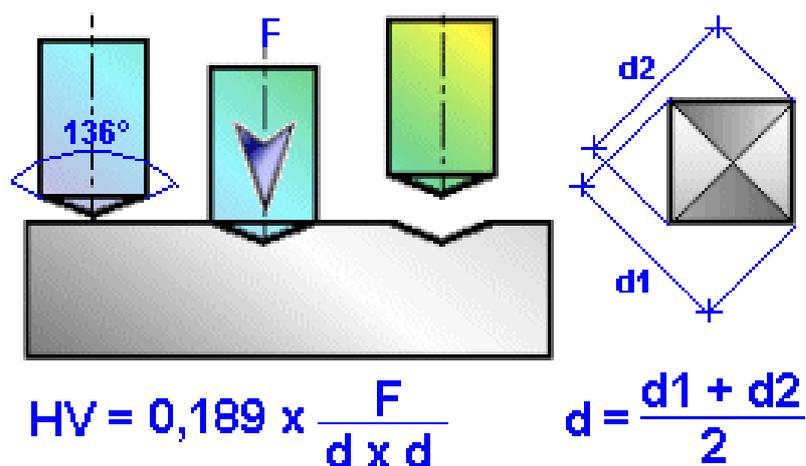


Figure 4.15 Principe d'essai de dureté Vickers Hv

## 4.2.9. Laminage et tréfilage

Après le frittage, l'autre moitié des échantillons est destinée au tréfilage, opération qui consiste à réduire l'épaisseur du comprimé et de l'allonger en le tirant à travers une filière qui se trouve dans un porte-filière placé sur banc d'étirage manuel. Sur ce banc on trouve une chaîne à laquelle sera reliée une tenaille en acier qui va agripper le comprimé et le tirer à travers la filière.



**Figure 4.16** Filière de 6 mm de diamètre



**Figure 4.17** Banc d'étirage

Cependant, les comprimés élaborés et frittés ont un diamètre de 10 mm, alors que parmi les filières dont nous disposons, celle qui a le plus grand diamètre est celle de 6mm, nous sommes alors obligés de faire un laminage au préalable pour arriver au diamètre adéquat.

## Procédure expérimentale

Pour ce qui est du laminage, l'opération a été faite à l'aide d'un laminoir semi automatique à double cylindres. Nous en avons fait deux types :

- Laminage à froid : qui consiste à introduire directement le comprimé entre les cylindres du laminoir.
- Laminage à chaud : qui consiste à faire chauffer le comprimé quelque minute dans le four à une température en dessous du point de fusion afin de le dilater et faciliter la déformation qui se produit entre les cylindres du laminoir.



**Figure 4.18 Laminoir semi-automatique à double cylindres**

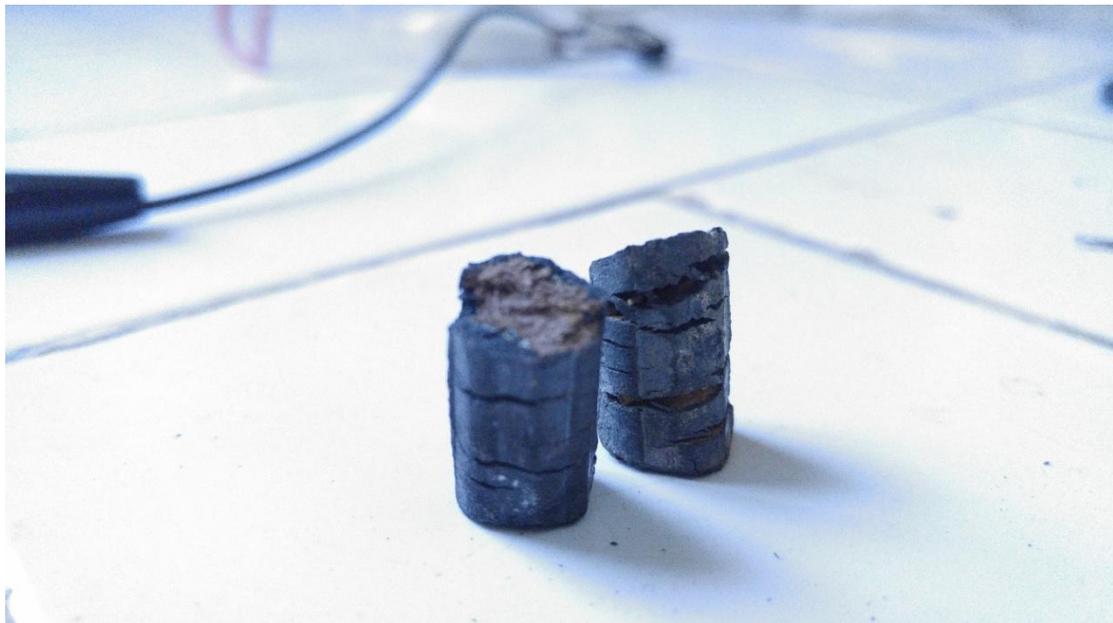
## 4.3. Résultats et interprétations

### 4.3.1. Résultats du laminage

Avant de faire notre opération de tréfilage, nous sommes contraints de faire au préalable une opération de laminage, pour ce faite nous avons expérimenté deux procédures :

- a. Un laminage à froid
- b. Un laminage à chaud

En premier lieu nous avons tenté de faire un laminage à froid, c'est-à-dire prendre le comprimé tel qu'il est sorti de l'opération de frittage et avons essayé de lui faire une première passe entre les cylindres du laminoir, or le comprimé s'est littéralement fracturé et tombé en morceaux. Nous supposons alors que c'est dû au fait que le matériau soit dur et pour y remédier et faciliter la prochaine opération nous tentons un laminage à chaud, c'est-à-dire que nous mettons notre échantillon dans le four à 850°C quelques minute afin qu'il puisse se dilater et ensuite on ouvre le four et à l'aide de pinces nous le prenons et l'introduisons rapidement entre les cylindre du laminoir. Les résultats de la première passe et une réduction de diamètre certes mais également une première apparition de fissures, lorsque nous procédons à une deuxième passe le comprimé se fissure encore plus, il se fracture et casse.



**Figure 4.19** Comprimés après laminage à chaud

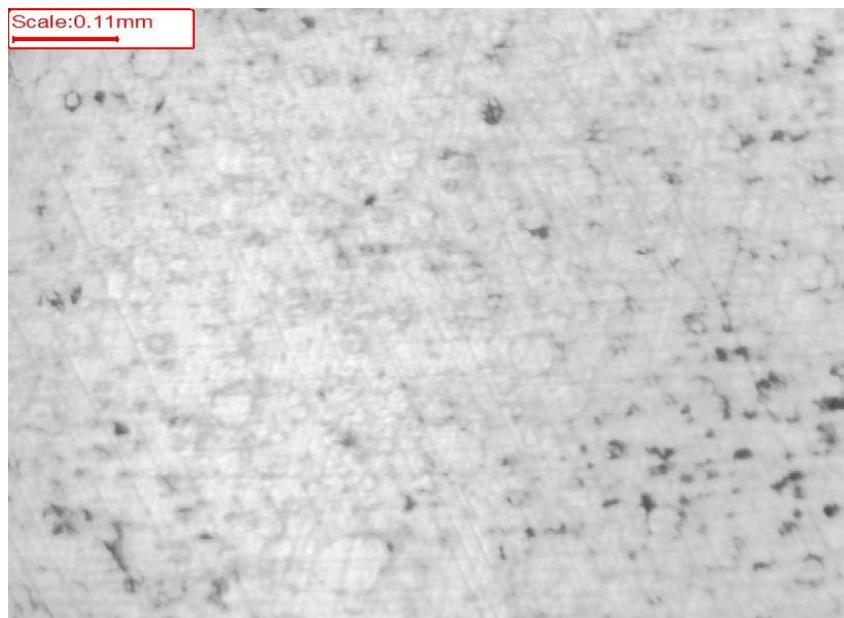
## 4.3.2. Observation métallographique

Après enrobage et polissage de nos échantillons, nous passons à l'observation de ces derniers à l'aide du microscope métallographique afin d'évaluer les différentes phases mises en jeu dans notre comprimé, mais également mettre en évidence les raisons de la fracture de ces derniers lors du laminage.

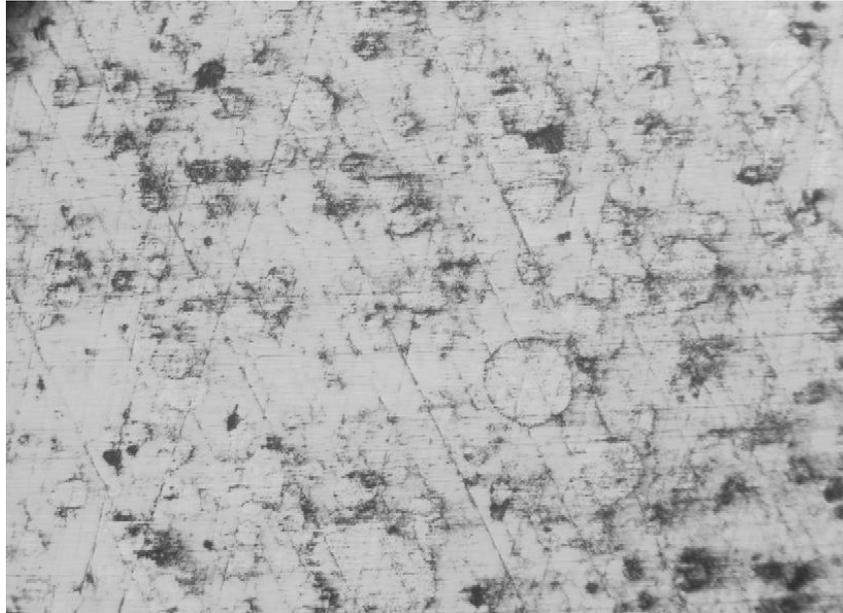
### a. Frittage phase solide

Nous faisons deux types d'observations avec les quatre grossissements qui sont disponibles sur le microscope. La première observation se fait avant l'attaque chimique pendant que la deuxième se fait après. Pour faire notre attaque nous avons constitué dans notre laboratoire un mélange de 10ml de Chlorure de fer(III) ( $\text{FeCl}_3$ ), 30ml d'acide chlorhydrique (HCl) et 120ml d'eau distillés que nous appliquons sur l'échantillon pendant une durée de 10 secondes.

Avant tout, nous avons fait une observation d'un échantillon avant frittage, que l'on prendra comme référence afin de voir les effets de ce traitement sur nos comprimés



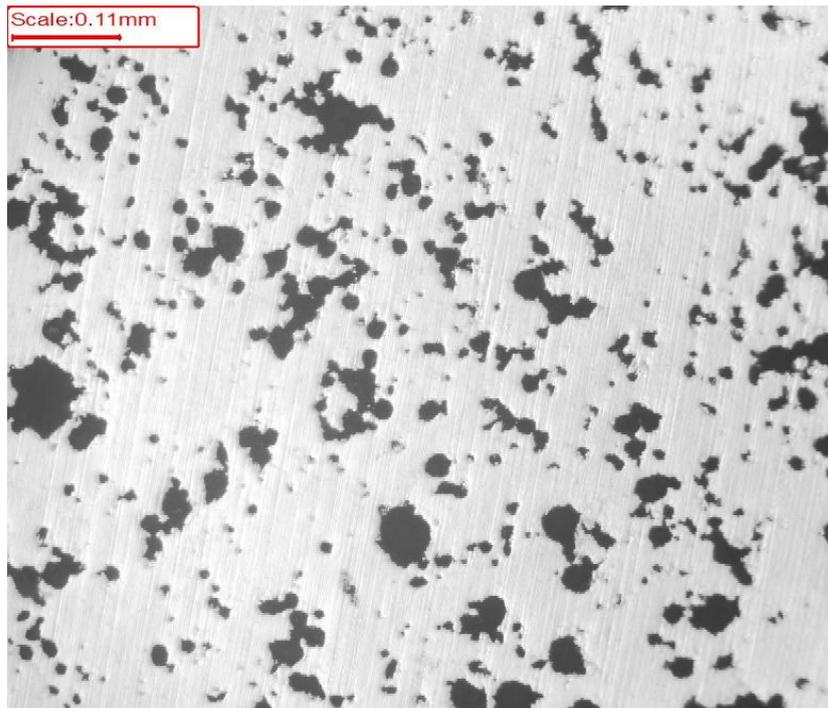
**Figure 4.20 Observation au microscope Cu-Zn à 25%wt non fritté, grossissement x100**



**Figure 4.21 Observation au microscope Cu-Zn à 25% non fritté, grossissement x200**

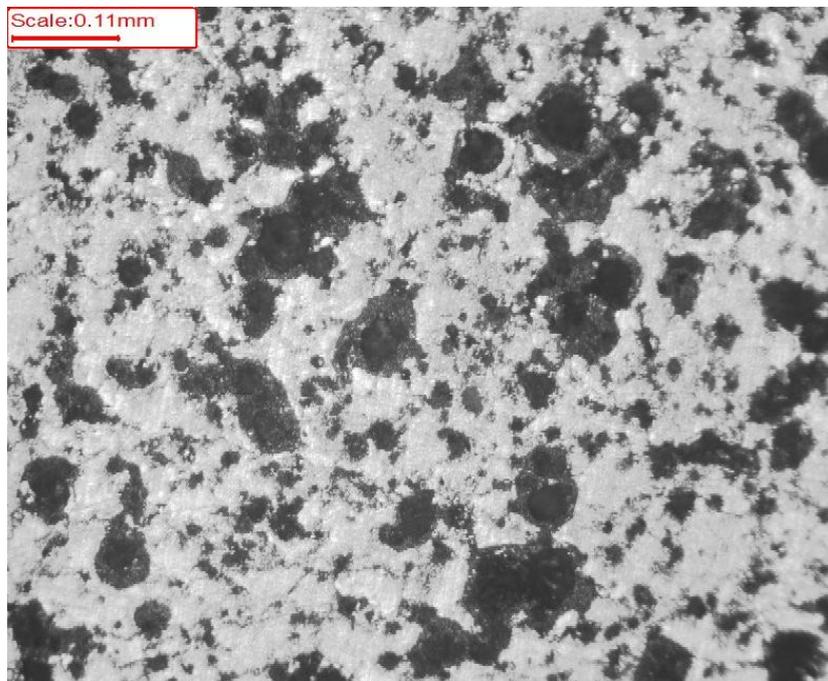
Sur les figures 4.21 et 4.22 nous arrivons à voir très clairement des particules bien rondes de différente tailles, il s'agit du zinc dans notre matrice de cuivre.

Nous observons à présent un échantillon de Cu-Zn à 25%wt, fritté à 400°C (frittage solide) pendant 1h. La figure 4.22 ci-dessous nous montre clairement un important taux de porosité présent dans notre comprimé. Evidement sans l'attaque chimique nous n'arrivons pas à distinguer les différents éléments et phases mis en jeu.



**Figure 4.22** Observation au microscope, Cu-Zn à 25%wt Frittage à 400°C pendant 1h, grossissement x100

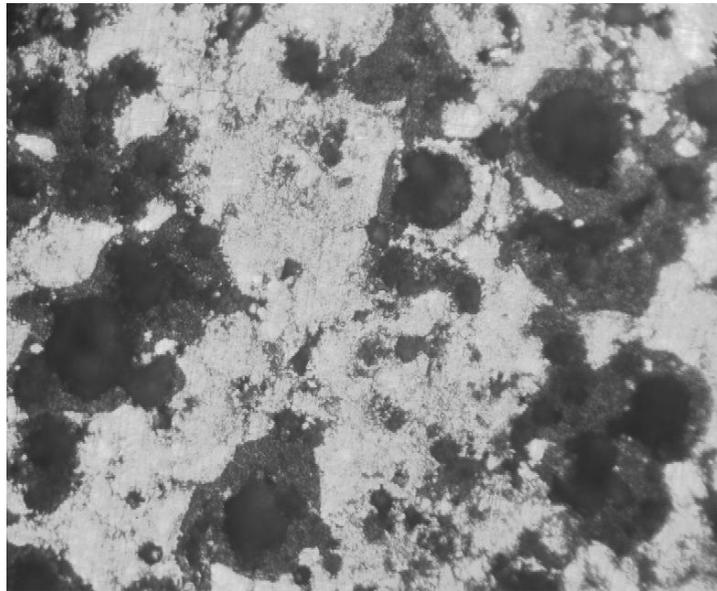
Notre deuxième observation du même échantillon se fait après attaque chimique, sur l'image nous l'apparition d'éléments gris foncé qui se situent au tour des pores, en noir, ce sont la les particules de zinc qui se trouvent dans notre matrice de cuivre, en blanc.



**Figure 4.23** Observation au microscope, Cu-Zn à 25%wt Frittage à 400°C pendant 1h, attaqué chimiquement, grossissement x100

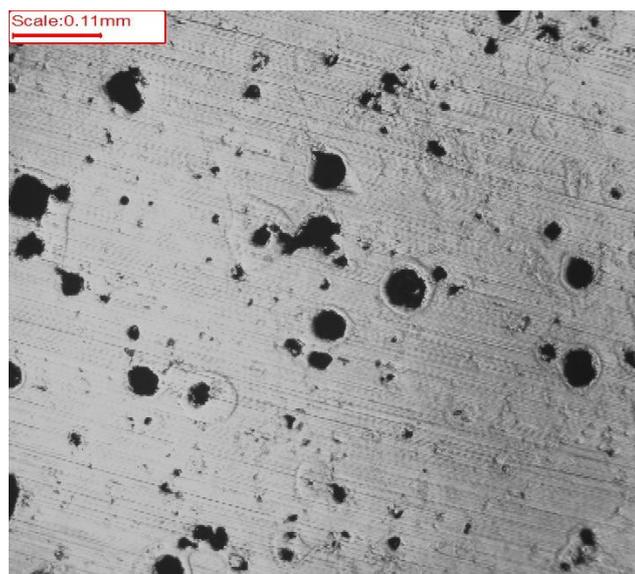
## Procédure expérimentale

Nous déduisons qu'au lieu de diffuser dans le cuivre, le zinc s'est dirigé vers les pores et s'est placé autour d'eux, la figure 4.24 ci-dessous nous le montre plus en détails.



**Figure 4.24 Observation au microscope, Cu-Zn à 25%wt Frittage à 400°C pendant 1h grossissement x200**

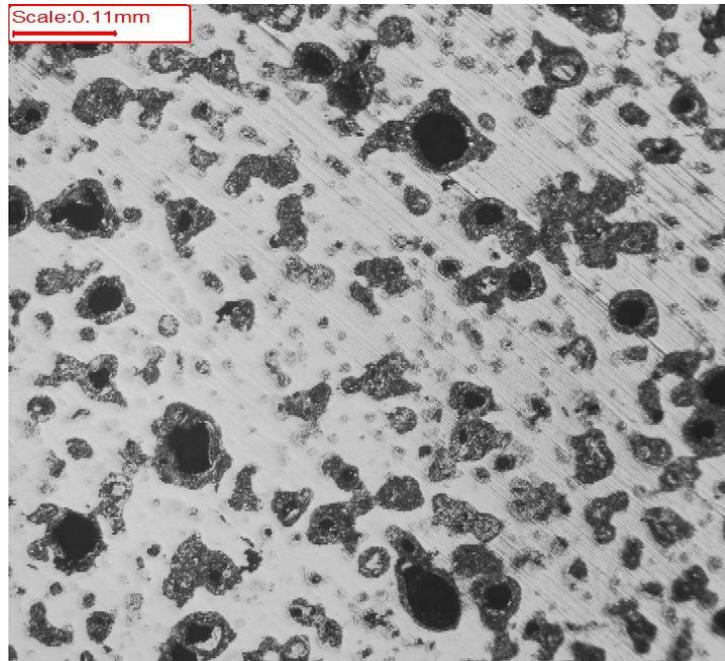
Nous faisons ensuite une observation sans attaque sur un comprimé du même alliage, mais qui a subi un frittage à 400°C pendant 2h. Sur l'image nous remarquons également un taux de porosité présent, mais nettement moindre que celui présent dans l'échantillon fritté pendant 1h. Nous observons également au tour des pores un genre circonférence, ce sont les particules de zinc qui se sont placées autour d'eux.



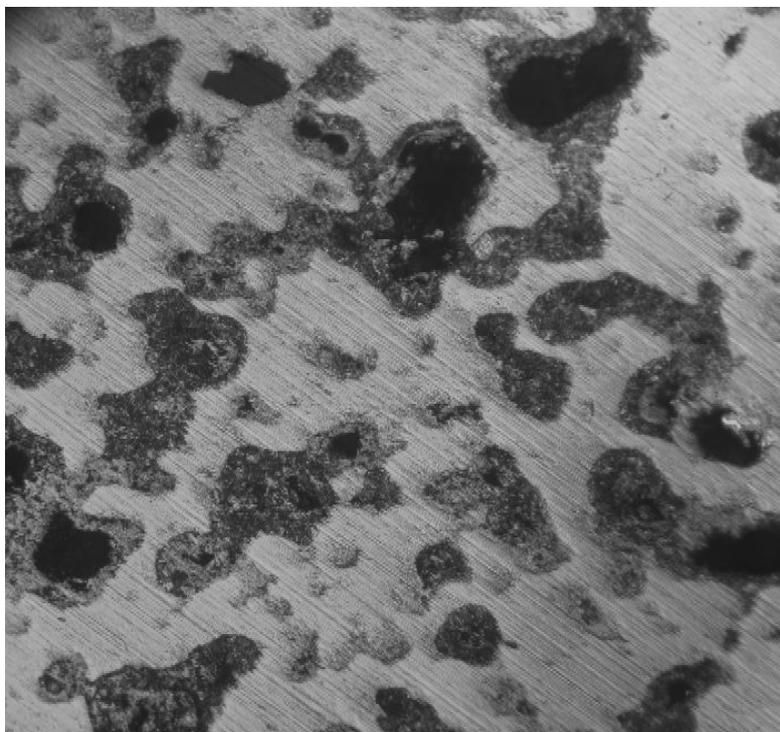
**Figure 4.25 Observation au microscope Cu-Zn à 25%wt Fritté à 400°C pendant 2h, grossissement x100**

## Procédure expérimentale

En attaquant chimiquement cet échantillon nous remarquons plus clairement les particules de zinc en gris qui se sont placées autour des pores en noir, mais aussi celles qui n'ont pas diffusé vers les pores. (Figures 4.26 et 4.27).



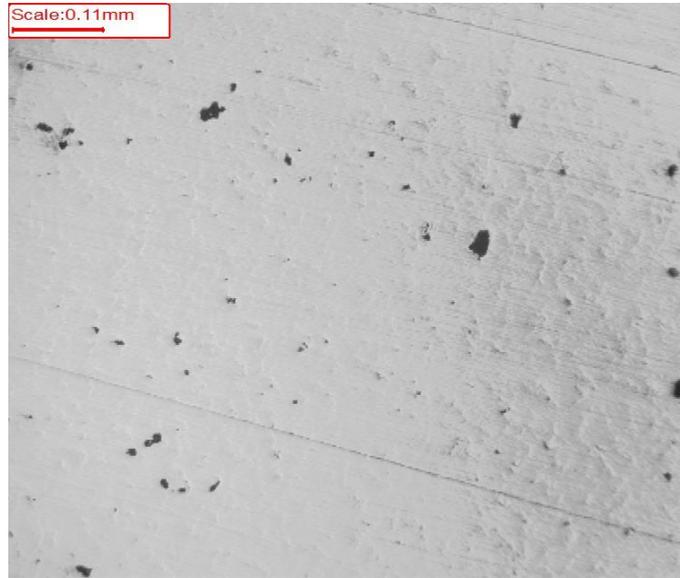
**Figure 4.26 Observation au microscope Cu-Zn à 25%wt Fritté à 400°C pendant 2h, attaqué chimiquement, grossissement x100**



**Figure 4.27 Observation au microscope Cu-Zn à 25%wt Fritté à 400°C Pendant 2h, attaqué chimiquement, grossissement x200**

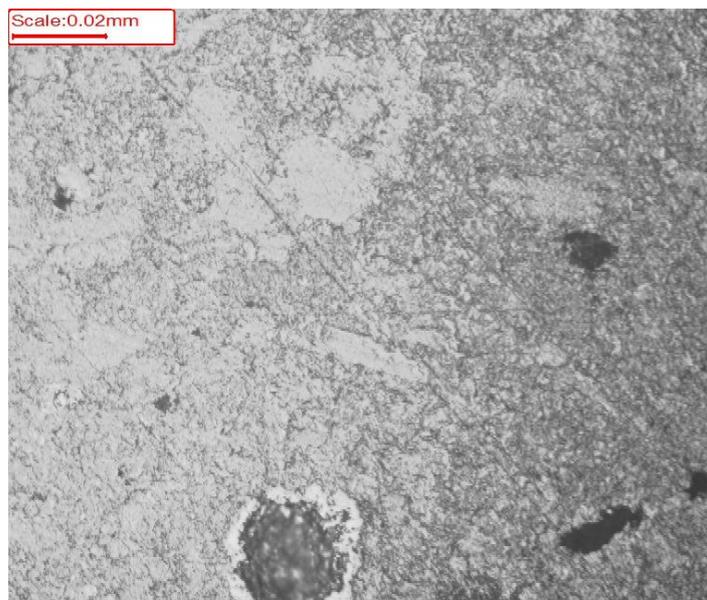
## Procédure expérimentale

Nous observons maintenant les échantillons de Cu-Sn à 0,5%wt qui ont été frittés en phase solide à 220°C pendant 1h, 2h et 3h. Dans le premier échantillon, qui a été fritté pendant 1h, on remarque un taux de porosité faible, en particulier si on le compare à celui du Cu-Zn vu précédemment.



### 4.28 Observation au microscope Cu-Sn à 0,5%wt Fritté à 220°C pendant 1h, grossissement x100

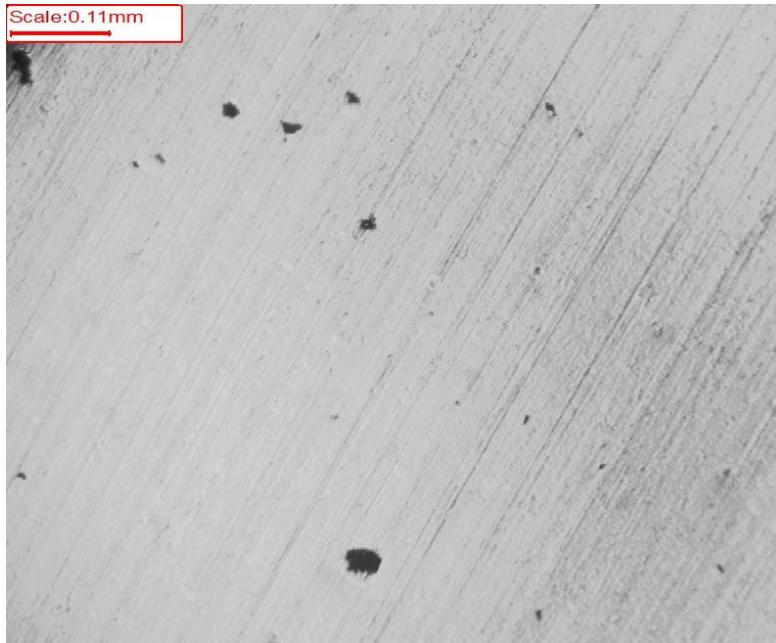
L'attaque chimique nous révèle l'emplacement des particules d'étain qui ont diffusé dans notre matrice cuivre, ils apparaissent avec une couleur claire autour des pores



### 4.29 Observation au microscope Cu-Sn à 0,5%wt Fritté à 220°C pendant 1h, attaqué chimiquement, grossissement x500

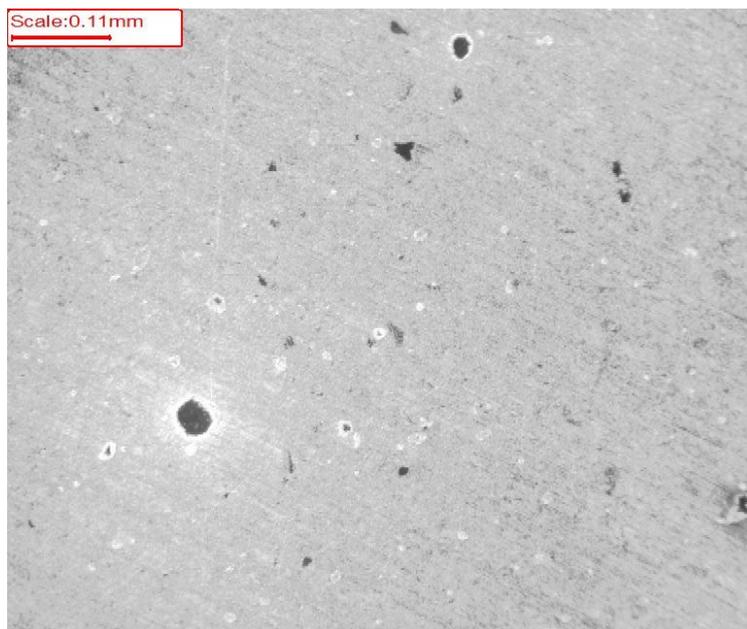
## Procédure expérimentale

Sur la figure 4.30 qui suit, il s'agit d'un échantillon fritté à 220°C pendant 2h, nous remarquons la disparition des pores les plus petits et donc une diminution du taux de porosité comparé à l'échantillon fritté pendant 1h.



### **4.30 Observation au microscope Cu-Sn 0,5% Fritté à 220°C pendant 2h grossissement x100**

L'attaque nous révèle également l'étain qui s'est localisé autour des pores, que nous pouvons remarquer en une couleur blanche dans les figures 4.31 et 4.32.



### **4.31 Observation au microscope Cu-Sn à 0,5% wt Fritté à 220°C pendant 2h, attaqué chimiquement, grossissement x100**



**4.32 Observation au microscope Cu-Sn à 0,5%wt Fritté à 220°C pendant 2h, attaqué chimiquement, grossissement x500**

Enfin nous passons à l'observation du dernier frittage en phase solide, il s'agit du Cu-Sn à 0,5%wt qui a été fritté à 220°C pendant 3h, cette durée a permis une importante diminution de la porosité par rapport aux deux autres temps de frittage. Sur la figure 4.33 ci-dessous, l'échantillon a été attaqué et nous pouvons voir l'étain qui s'est localisé autour du pore, mais également on distingue quelques formes arrondies qui représentent les particules de la matrice de cuivre.

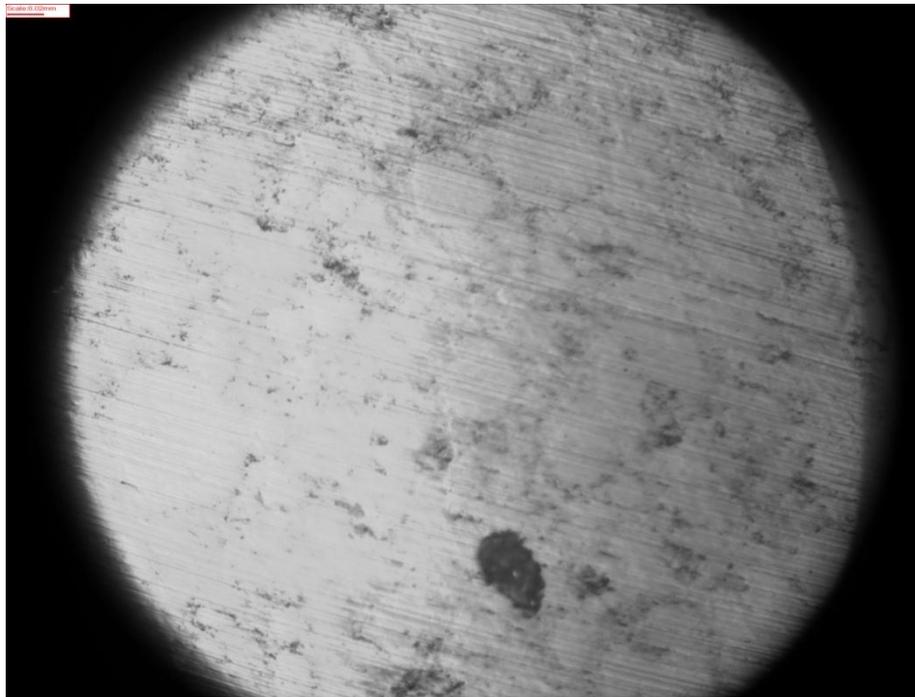


**4.33 Observation au microscope Cu-Sn à 0,5%wt Fritté à 220°C pendant 3h, attaqué chimiquement, grossissement x500**

## **b. Frittage en phase liquide**

Le comprimé que l'on a fritté ici est le mélange Cu-Zn à 25% wt, son frittage s'est effectué à 600°C pendant 2h, comme la température de fusion du zinc est de 419°C, ce dernier était à l'état liquide à notre température de travail, c'est pour cela qu'on appelle ce procédé frittage à l'état liquide.

L'observation sur notre échantillon nous montre une importante diminution du taux de porosité comparé aux échantillons du même mélange fritté à l'état solide, mais comme ces derniers le zinc s'est essentiellement localisé autour des pores présents. On peut remarquer également des formes arrondies qui sont les particules de notre matrice de cuivre



**4.34 Observation au microscope Cu-Zn à 25%wt Fritté à 600°C pendant 2h  
grossissement x500**

# Procédure expérimentale

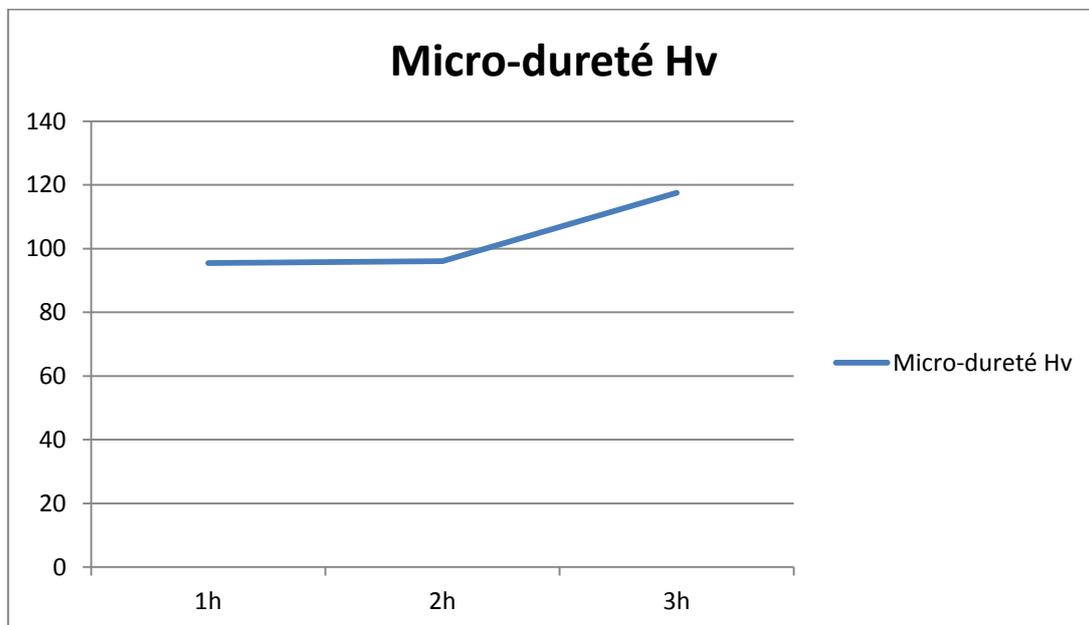
## 4.3.3. Résultats des tests de micro-dureté

Après l'observation métallographique, nous avons fait des tests de micro-dureté au niveau du laboratoire du département. Les tests ont été faits sur les échantillons qui ont subi un frittage en phase solide aux différentes températures indiqués.

Les tableaux ci-dessous rassemble nos résultats que sa soit pour le système « Cu-Zn » ou bien le système « Cu-Sn ».

**Tableau 7 Micro-dureté de Cu-Sn à 0,5%wt, frittage à 220 °C**

Temps de frittage	Micro-dureté (Hv)											Moyenne	$\Delta H_v$
	Essai n°												
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10			
1h	90,9	89,5	84,9	114 ,3	87,4	93,4	117,0	91,3	96,4	89,9	95,5	16,05	
2h	94 ,7	93,4	97,7	89,6	103 ,9	95,4	94,6	95,7	97,8	92 ,4	96,06	7,15	
3h	114,2	116,5	113,8	120,1	115,9	117,8	117,3	120,9	115,6	123,2	117,53	4,7	

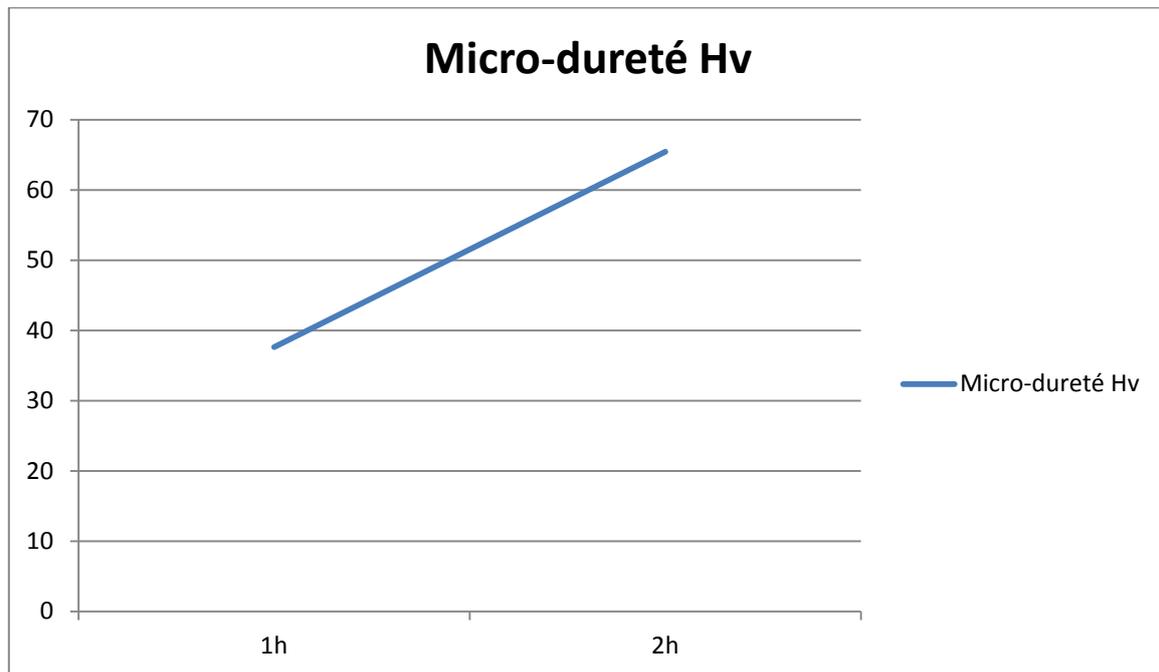


**Figure 4.35 Graphique d'évolution de la micro-dureté Hv en fonction du temps de frittage en phase solide du Cu-Sn 0,5%wt**

# Procédure expérimentale

**Tableau 8 micro-dureté de Cu-Zn à 25%wt, frittage à 400°C**

Temps de frittage	Micro-dureté (Hv)											Moyenne	$\Delta H_v$
	Essai n°												
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10			
1h	33,2	44,5	35,7	40,8	37,9	37,6	32,0	41,3	33,4	39,8	37,62	5,65	
2h	68,9	63,6	64,7	61,1	64,4	67,6	63,8	64,1	67,4	69,0	65,46	3,39	



**Figure 4.36 Graphique d'évolution de la micro-dureté Hv en fonction du temps de frittage en phase solide du Cu-Zn 25%wt**

Comme on le constate sur les courbes la micro-dureté augmente avec l'augmentation du temps de frittage car les particules entrent de plus en plus en contact entre elles ce qui augmente leur cohésion.

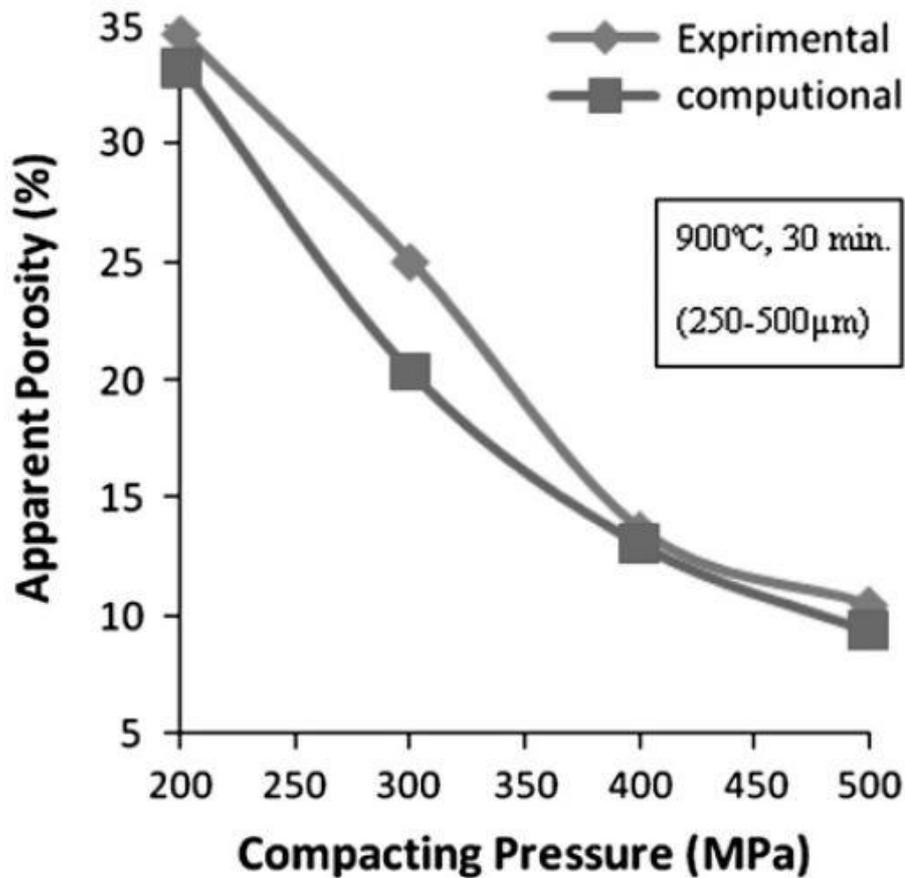
L'augmentation est plus importante en ce qui concerne le système « Cu-Sn » car les poudre la poudre d'étain utilisée est beaucoup plus fine que celle de zinc dans le système « Cu-Zn ».

## 4.3.4. Interprétations

Lors de l'opération de laminage nos échantillons n'ont pas supporté la charge appliquée par les cylindres du laminoir, cela implique que ces contraintes sont bien plus supérieures à la limite de résistance à la rupture du matériau, chose qui n'est pas en concordance avec nos recherches bibliographiques en ce qui concerne les alliages cuivre et leur habilité à être laminé. Nous en déduisons donc que qu'il y a un impair lors de la réalisation de nos comprimés.

Nos observations métallographiques mettent en évidence un certain taux de porosité, qui comme on le sait nuit à la répartition de charge lors du laminage en premier lieu et, pour notre cas, a altéré le processus de frittage. Les images observées montrent clairement une localisation des éléments d'addition autour des pores et cela est du au gradient de concentration en lacune créateur d'une force motrice de diffusion qui va pousser les éléments d'additions à aller combler les pores en question, au lieu de diffuser dans la matrice de cuivre. Egalement nos images montrent dans la matrice de cuivre des formes bien distincte qui représente les particules de cuivres, ces dernières n'ont pas suffisamment diffusé entre elles.

Lorsque ce problème s'est présenté à nous, nous nous sommes hâtés à de nouvelles recherches bibliographiques pour trouver un remède à l'important taux de porosité et à la survie de comprimé. Nos recherches ont abouti à une étude faite à l'université de Basrah en IRAK, sur les effets des conditions d'élaboration par métallurgie des poudres sur la porosité des comprimés de bronze. Cette étude a démontré le rôle des pressions de compactage et son importance dans la bonne cohésion des particules de poudres, car lorsque ce n'est pas le cas la viabilité des comprimés est faible et leur aptitude au frittage l'est également et par conséquent leur laminage est improbable.



**Figure 4.37 Variation du taux de porosité en fonction de la pression de compactage appliquée [36]**

Les pressions appliquées lors de cette étude varient de 200 MPa à 500 MPa, ce qui assure une bonne cohésion. Il faut noter également la température de frittage appliquée qui est de 900°C.

Lors de notre frittage nous sommes arrivés à une température de 850°C, mais cela a fini par détériorer le tube utilisé pour contenir nos échantillons. Également lors du compactage nous ne pouvions dépasser les 20 MPa afin de ne pas détruire la matrice et les poinçons utilisés.

Pour des raisons de sécurité et de préservation de matériel, nous ne pouvions atteindre lors de notre élaboration certaines conditions nécessaires à la viabilité des comprimés lors du laminage, telle que la pression de compactage et les températures de frittage, néanmoins cela a mis en évidence les besoins afin d'y parvenir.

## 5. Conclusion générale

L'élaboration par la métallurgie des poudres est un procédé de fabrication de pièces plus qu'intéressant car il permet de contrôler au mieux la composition finale de nos produits et engendre à la fin de ces méthodes des produits semi-finis facile à usinés.

Notre travail consistait à élaborer une baguette de soudage à base de cuivre et de zinc (Laiton) et également à base de cuivre et d'étain (bronze). Ce travail pourra servir de base aux prochaines tentatives d'élaboration de baguette de soudage par la métallurgie des poudres et à la recherche de nouveaux moyens d'y parvenir du moment que notre tentative n'a pu aboutir, car elle nécessitait certains paramètres de travail assez élevés, telle que la pressions de compactage et la température de frittage, néanmoins c'est à travers cette expérience que nous avons pu mettre en évidence et cela en ayant recourt au technique de caractérisation et d'observation par observation métallographique et tests de micro-dureté disponible au sein du laboratoire de notre département de métallurgie. Cela nous a permis d'approfondir nos connaissances en ce qui concerne la métallurgie des poudres, les déformations par laminage et leurs méthodes, mais également nous avons pu nous imprégner de l'esprit de recherche et d'apprécier le matériel utilisé en laboratoire.

# REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] W. J.E, Metals handbook, Vol. 7, 9th edition, American Society for Metals, 1984.
- [2] G. H. C. Chaussin, Elaboration des Métaux, Ed Dunod, Tome 2, 1974.
- [3] D. Bouvard, Métallurgie des poudres, Lavoisier, 2002.
- [4] R.MEYER, Poudres Métalliques, Techniques de l'ingénieur », Fasc. M862, 2003.
- [5] G. Y. Chin, Advances in Powder Technology, American Society for metals, 1981.
- [6] N. GIGUERE, Développement de nouvelles formulations de poudres métalliques pour la fabrication de composantes de haute performance, Thèse, Faculté des Science et de Génie Université LAVAL, Québec, 2010.
- [7] R. F.Thummler, Introduction to powder metallurgy, London,UK :the institute of materials, 1993.
- [8] R.M.Germain, Powder Metallurgy Sciences, Ed, 1994.
- [9] R.Ourahmoune, Caractérisation et consolidation d'une poudre de bronze élaborée par broyage mécanique des copeaux d'usinage, Mémoire de Magistère. ENP, 2006.
- [10] M. V. Balshain, Theory of Compactage, Vestink metalloprom, Vol. 18, 1958.
- [11] L. R. O. NAVARRETE, Etude du frittage de poudres par microtomographie in situ et modélisation discrète, Thèse de Doctorat, Institut Polytechnique de Grenoble, 2009.
- [12] G. Cizeron, Le frittage sous aspect physico-chimique, Institut de céramique, 1968.
- [13] T. Allen, Etude des structures : granulométrie, Technique de l'ingénieur, Vol {PII}, 1988.
- [14] D.Bernache-Assolant, Chimie-physique du frittage, Hermes Paris, 1993.
- [15] A. V. VAN, Modélisation numérique et expérimentale du procédé de frittage en métallurgie des poudres, Mémoire de maitrise, Université Laval, Québec, 1998.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [16] S.DJERAF, compactage et frotage d'une poudre d'aluminium obtenue par broyage mécanique, Mémoire de PFE, Ecole Nationale Polytechnique , 2005.
- [17] P. G, caractérisation et optimisation de l'atmosphère de frittage pour le système fer-cuivre-carbone, Mémoire de maîtrise, Université Laval, Québec, 1996.
- [18] J. P. L. R. N. YU, Tréfilage des fils cuivreux ultra fins, Techniques de l'ingénieur. M646, 1995.
- [19] LAVEROX.M., Mise en forme des aciers inox par tréfilage, Cite la revue de métallurgie , 1993.
- [20] R. M. J. LIGNON, Etude des matériaux – II : matériaux non ferreux, Technologies des fabrications mécaniques, fascicule 21, 1977.
- [21] SIMONNET.G., Tréfilage des aciers, M 645.institut des matériaux métallique , Techniques de l'ingénieur , 1996.
- [22] G. d. d. t. CONFLANDEY, Tréfilage de l'acier, Techniques de l'ingénieur. M645, 1996.
- [23] C. LEVRAU, Dynamique et complexité de déformation plastique, Thèse de doctorat école des mines de paris, 2006.
- [24] R. N. R. CHARPIGNY, Mise en forme de l'aluminium – tréfilage et et étirage, Techniques de l'ingénieur. M652, 1997.
- [25] C. LEVRAU, Compréhension et modélisation des mécanismes de lubrification lors du tréfilage des aciers inoxydables avec les savons secs, Mémoire de doctorat ENSM Paris , 2006.
- [26] B. LAPOSTOLLE, Conditions de travail des filières de tréfilage, Revue de métallurgie CIT. p1003 , 1980.
- [27] C. V. M. MANTEL, Formage à grande vitesse – détermination d'une loi de comportement, Techniques de l'ingénieur. M3025, 2006.
- [28] M. D. HADID, Evolution de la microstructure et des propriétés mécaniques et électriques lors d'un revenu après tréfilage d'un alliage d'aluminium, Alger: Mémoire de magister,

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Ecole Nationale Polytechnique , 2012.
- [29] I. MERDAS, Caractérisation structurale et mécanique d'un fil d'acier après tréfilage, Mémoire de fin d'études, Ecole Nationale Polytechnique, 2009.
- [30] P. B. E. JDID, Cuivre : ressources, procédés et produits, Techniques de l'ingénieur. M2240, 2002.
- [31] H. d. Luris, Métaux et alliages, Ed. Masson et Cie, 1992.
- [32] J. B. GUILLOT, Elaboration des matériaux, Génie des matériaux, Ecole Centrale de Paris, 2001.
- [33] T. N. V. S. ANANTHAN, Materials, science and technology, Vol.7, p.1069, 1991.
- [34] B. ALONSO, Résistance à la corrosion, Centre d'Information du Cuivre, Laitons et Alliages CICLA, 2011.
- [35] E. LIEBERMAN, Modern soldering and brazing techniques, BUSINESS NEWS PUBLICATIONS, 1988.
- [36] A. S. Jabur, Effect of powder metallurgy conditions on the properties of porous bronze, Engineering College, University of Basrah, Iraq, 3013.
- [37] F. V. LENEL, Powder metallurgy, principal and application, pp40-75., 1980.
- [38] K. Aouaa, Décapage électrochimique d'une poudre de bronze, Mémoire de P.F.E, ENP, 2008.