REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE Ecole Nationale Polytechnique



DÉPARTEMENT DE MÉTALLURGIE

PROJET DE FIN D'ETUDE

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Métallurgie

Thème :

Etude des propriétés mécaniques et électriques du fil tréfilé de 90%Zn10%Sn avant et après recuit

Proposé et dirigé par :

Pr.M. CHITROUB

Réalisé par :

Mr.MAROUF Tariq Mr.AICHOUR Moussa

Promotion: Juin 2013

Ecole Nationale Polytechnique, Hacen Badi, B.P.182, El-Harrach, 16200 Alger Tel: 021.52.53.01-03, Fax: 021.52.29.73 www.enp.edu.dz.

ملخص

يتناول هذا الموضوع الدراسة الهيكلية الكهربائية والميكانيكية، للخليط الثنائي Sn 200 Zn10%Sn الناقل و غير مكلف ليحل محل خليط 20% Cu37%Zn المستخدم كسلك في آلة قطع BCR . التشوه على البارد القلد المستمر دون المعالجة الحرارية بين الممرات، يسمح للمادة باكتساب الصلابة والقوة من خلال عمل التصلب المتراكم من خلال تمريرة إلى أخرى ونتيجة لذلك، فإن الهدف من هذه الدراسة هو قياس بعض الخواص الكهربائية والميكانيكية للمعدن مثل المقاومة الكهربائية، والصلابة وقوة الشد بدلالة معدل التصلب . قمنا بتنفيذ نو عين من علاج التليين (الإنعاش وإعادة البلورة) بعد كل تمريرة من القلد لمعرفة ما هو تأثير ها على الخواص المذكورة أعلاه .

الكلمات المفتاحية: القلد،خليط الزنك والقصدير، والإجهاد، المقاومة الكهربائية ، الناقلية الكهربائية ، الصلابة، قوة الشد

Résumé

Ce sujet porte sur l'étude structurale, électrique et mécanique, d'un alliage conducteur binaire 90%Zn10%Sn peu coûteux, afin de substituer l'alliage 63%Cu37%Zn, utilisé comme fil de coupe dans la machine d'électroérosion de BCR. La déformation à froid par tréfilage continu sans traitement thermique intermédiaire entre les passes, permet au matériau de gagner en dureté et en résistance grâce à l'écrouissage cumulé en passant d'une passe à une autre.

L'objectif de cette étude consiste donc à mesurer certaines propriétés électriques et mécaniques du métal tel que la résistivité électrique, la conductivité électrique, la dureté et la résistance à la traction en fonction de taux d'écrouissage. Deux types de traitement d'adoucissement (restauration et recristallisation) ont été réalisés après chaque passe de tréfilage pour savoir quelle est leur effet sur les propriétés notés précédemment.

Mots clés : tréfilage, alliage Zn-Sn, contraintes, la résistivité électrique, conductivité électrique, dureté, résistance à la traction.

Abstract

The aim of this work is to study the structure, the mechanical properties and the electrical resistivity of the 90%Zn10%Sn drawn wire in the as received condition and after a heat treatment. This is done to replace to replace $Cu_{63}Zn_{37}$ used as a cutting wire in the EDM machine in BCR. This study involved the preparation by molding, cold forming by drawing and annealing of the alloy 90%Zn10%Sn. The experimental results are given in the form of images, curves and values. The values of the yield strength, the tensile strength, elongation and electrical resistivity are almost the same range as those of 63%Cu37%Zn.

Key words: wiredrawing, alloy Zn-Sn, electrical resistivity, hardness, tensile strength. .

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail à :

Ma très chère mère et mon très cher père, qui m'ont encore soutenu durant ces cinq dernières années d'études. Que Dieu les protège.

A mes chères frères et mes chères sœurs Ahmed, Abdelkader, Ali, Fatima, Oum-elkhier ,et Saida qui m'ont encouragé chacun à sa manière.

A ma grand-mère.

A mes chers oncles et mes chères tantes.

A mon binôme Tariq

A mes chers amis Madani Abderrazak ,Ousfia Moussa ,Kerzaz Abderrahim, Fourou abderaouf, Fellahi Oualid , Babana Choayb , Ilyes , Amar, Walid , Ammar , Oussama , Mohand Louanes, Baali, Abdellah, Elhachmi, Mohamed, Abdelbasset, Mustapha, Abderrazak, Nassira, Saliha , Rima ,Chrifa et khawla.

Ainsi que tous mes amis de 5ème année de Métallurgie.

A tous ceux qui me sont chers...

MOUSSA

Dédicaces

A ceux qui m'ont appris la vie, à ceux qui m'ont appris à affronter les difficultés.

A ceux qui m'ont convaincu que l'éducation ce n'est pas une destination, à mes chères parents qui ont été toujours là pour me soutenir et m'encourager, merci ma mère pour votre amour, merci mon père pour votre patience, tous les mots du monde ne sauraient exprimer l'immense amour que je vous porte.

C'est par vos encouragements que j'ai eu cette prestigieuse profession, et c'est à travers vos critiques que je me suis réalisé.

J'espère avoir répondu aux espoirs que vous avez fondés en moi.

Je dédie ce travail à mes frères et mes sœurs qui ont supporté mes dépenses, et qui m'ont aidé comme personne n'a jamais fait.

A mon binôme moussa.

A mes amis. Abdelrrahmane, Cheriet Rabah, Benabderrazak Rabah, Zino, Sif, Askri Youssef, Nouh.

A mes amis de l'Ecole Nationale Polytechnique. Amine, Ali, Youssef, Raouf, Chihani, Oualid , Choayb , Ilyas, Amar, Hakim et tous mes camarades de Département de Métallurgie, promotion juin 2013.

A tous les enseignants de Département de Métallurgie.

A toute personne qui porte de l'estime pour moi.

A tous ceux me sont chers.

Tariq

REMERCIEMENT

Avant tout, merci à **DIEU** tout puissant pour sa bonté et sa clémence de nous avoir permis de mener à bien ce modeste travail.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à Monsieur, le Pr. **M. Chitroub,** Chef de Département de Métallurgie notre encadreur, pour l'intérêt qu'il a porté à ce travail, pour sa disponibilité, ses conseils et son aide précieuse.

Nous remercions Monsieur, le Pr. F. Hellal de nous avoir fait l'honneur de présider notre jury de soutenance.

Nous exprimons, par ailleurs, notre très sincère reconnaissance à MM A. Kasser et Mr zouati, pour avoir accepté d'être examinateurs de ce projet et de participer au jury.

Nous remercions le Pr. **A. Bermad,** Chef du Département d'Hydraulique, pour les fructueuses discussions qui nous ont guidé pour le mieux dans ce travail.

Nous remercions **Mr. S. Aliane**, Directeur de la Production et **Melle Cherhaoui**, Responsable de Laboratoire au sein de l'entreprise CATEL, qui nous ont aidé à réaliser les essais de traction.

Nos remerciements vont également à tous les enseignants du Département de Métallurgie qui ont contribué activement à notre formation. Qu'ils trouvent dans ce mémoire le bien de ce qu'ils nous appris.

Nous remercions tous ceux qui ont contribué de prêt ou de loin à ce travail.

Notre profonde gratitude à tout le personnel de l'Ecole Nationale Polytechnique pour nous avoir accueilli au sein de leur établissement et de nous avoir octroyé la meilleure formation qui soit.

Sans oublier tous les instituteurs et enseignants qui nous ont pris en main depuis la crèche.

SOMMAIRES

INTRODUCTION GENERALE	11
I.1. Les propriétés des alliages du système (Zn, Sn)	.1
I.1.1. Les propriétés de l'étain	. 1
I.1.2. Les propriétés du zinc	. 2
I.1.3. Les alliages du système (Zn, Sn)	3
I.1.4. Les microstructures du système (Zn, Sn)	. 4
I.2. Généralité sur le durcissement structural	6
I.3. La résistivité électrique des matériaux	.7
I.4. Influence des traitements mécaniques et thermiques sur la résistivité électrique	. 8
I.5. Les essais de duretés	.9
I.5.2. Essais de dureté Rockwell	10
I.5.3. Essai de dureté Vickers	13
I.6. Essai de traction	14
I.7. Le tréfilage	17
I.7.1. Écrouissage	18
I.7.2. Variations des caractéristiques mécaniques en fonction de l'écrouissage	19
I.7.3. Les éléments du tréfilage	20
I.7.4. Les paramètres influençant le tréfilage	21
I.7.5. Les principaux défauts rencontrés en tréfilage	23
I.8. Traitements thermiques et changements structuraux pendant le mécanisme	
d'adoucissement	25
I.8.1. Traitement d'homogénéisation	25
I.8.2. Les traitements d'adoucissement	26
I.8.3. Traitement de recuit de recristallisation	26
I.8.3.1. Recristallisation dynamique	27
I.8.3.2. Recristallisation statique	27
I.8.4. Influence des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques	28
II.1. Elaboration des alliages à base du système (Sn, Zn)	31
II.2.1. Préparation des échantillons	33
II.2.2. Microscope Optique	34
II.3. Le laminage	34
II.4. Le tréfilage	35
II.5. Traitement thermique	36

II.6. Mesure de la résistivité électrique	
II.7. Essai dureté et la microdureté	
II.8. Essai de traction	
III.1. Les résultats	
III.1.1. Les microstructures obtenues	
III.1.1.1. La microstructure à l'état brut de coulé	
III.1.1.2. La microstructure avant recuit tréfilé	
III.1.1.3. La microstructure apres recuit	
III.1.2. La dureté et la micro dureté	
III.1.3. L'essai de traction	
III.1.4. Résistivité électrique	
III.2. Interprétations	
III.3. Comparaison entre 90%Zn10%Sn et 63%Cu37%Zn	58
CONCLUSION GENERALE	
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	

Annexes

LISTE DES FIGURES

CHAPITRE I : RECHERCHE BIBLIOGRAPHIE

Figure I.1 Le diagramme d'équilibre des alliages Sn-Zn 4
Figure I.2 Les microstructures des Alliages du système (Zn, Sn) à l'état bruts
Figure I.3 Les microstructures des alliages du système (Zn, Sn) à l'état recuit 6
Figure I.4 Elément de conducteur de section S et de longueur L
Figure I.5 Variation de la résistivité d'un fil d'aluminium faiblement allié avec
la température d'un recuit flash
Figure I.6 L'empreinte laissée par l'essai de brinell
Figure I.7 Les différentes étapes de l'exécution d'un essai Rockwell (cône)11
Figure I.8 Principe de la dureté Rockwell (échelle B, bille en acier) 11
Figure 1.9 Principe de dureté Vickers
<i>Figure I.10</i> Schéma d'une éprouvette de traction cylindrique et de son évolution en cours d'essai
<i>Figure I.11</i> Courbe conventionnelle de traction
Figure I.12 Principe du tréfilage
<i>Figure I.13</i> Variation de A, R et R_e en fonction de la déformation d'un fil d'acier à 0,06% C,
Brut de laminage
<i>Figure I.14</i> Profil d'une filière
Figure I.15 Décomposition des forces au cours de l'écoulement en filière 22
Figure I.16 La rupture "cup and cone" d'un fil tréfilé (schématisé)
Figure I.17 Défauts en chevrons sur fil tréfilé
Figure I.18 Evolution de la dureté au cours de la restauration et de la recristallisation 28
<i>Figure I.19</i> Evolution des produits des alliages métalliques lors de la restauration et de la recristallisation

CHAPITRE II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Figure II.1 le moule préparé pour réaliser notre alliage	31
Figure II.2 La balance électronique	32
<i>Figure II .3</i> le pied à coulisse	32
Figure II.4 La Sonde	32
Figure II.5 four à creuset	32
Figure II.6 quelques échantillons enrobés	33
Figure II.7 Microscope optique équipé d'une caméra et relié à un ordinateur	34
Figure II.8 Le laminoir cylindrique utilisé	35

Figure II.9 Les éléments de la tréfileuse utilisée	36
Figure II.10 Le four à moufle	36
Figure II.11 dispositif de mesure de résistivité	37
Figure II.12 Le duromètre utilisé	38
Figure II.13 Le micro duromètre utilisé	39
Figure II.14 Schéma de principe de l'essai Vickers	39
Figure II.15 L'empreinte laissée par l'essai de la micro dureté sur la microstructure	40
Figure II.16 Machine de traction utilisée	41

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

<i>Figure III.1</i> La microstructure de 90%Zn10%Sn à l'état brut de coulé	3
Figure III. 2 La microstructure de 90%Zn10%Sn avant recuit tréfilé	4
<i>Figure III.3</i> La microstructure de 90%Zn10%Sn apres recuit (maintien à 100°C pendant 2h)	6
<i>Figure III.4</i> La microstructure de 90%Zn10%Sn apres recuit (maintien à 200°C pendant 1h)	7
<i>Figure III.5</i> Evolution de la micro-dureté des phases de 90%Zn10%Sn en fonction de R (%)	9
<i>Figure III.6</i> Evolution de dureté de la microstructure de 90%Zn10%Sn en fonction de R (%)) 9
<i>Figure III.7</i> Evolution de l'allongement avec le taux de réduction de 90%Zn10%Sn à l'état brut	1
<i>Figure III.8</i> Evolution de $R_{e0,004}$, R_m et R_r avec R en % de 90%Zn10%Sn avant recuit 52	2
<i>Figure III.9</i> Evolution de l'allongement avec le taux de réduction de 90%Zn10%Sn apres recuit 100°C pendant 2 heures	2
<i>Figure III.10</i> Evolution de $R_{e0,004}$, R_m et R_r avec R en % de 90%Zn10%Sn apres recuit à 100°C pendant 2 heures	3
<i>Figure III.11</i> Evolution de l'allongement avec le taux de réduction de 90%Zn10%Sn apres recuit à 200°C pendant 1 heure	3
<i>Figure III.12</i> Evolution de $R_{e0,004}$, R_m et R_r avec R en 90%Zn10%Sn apres recuit à 200°C pendant 1 heure	4
<i>Figure III.13</i> Variation de la résistivité électrique de 90%Zn10%Sn en fonction de R en %.	6

LISTE DES TABLEAUX

CHAPITRE I : RECHERCHE BIBLIOGRAGHIE

Tableau I.1 Propriétés physiques de l'étain	1
Tableau I.2 Propriétés mécaniques De l'étain à l'ambiante	2
<i>Tableau I.3</i> Propriétés physiques du Zn	3
Tableau I.4 Les propriétés mécaniques du Zn à l'ambiante	3
Tableau 1.5 Les différentes échelles de dureté Rockwell	12

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSIONS

Tableau III.1 Les valeurs mesurées de la micro-dureté de tous nos échantillons étudiées 48
Tableau III.2 Les valeurs mesurées de la dureté de tous nos échantillons étudiées
Tableau III. 3 Les principales propriétés mécaniques de 90%Zn10%Sn avant recuit 50
Tableau III.4 Les principales propriétés mécaniques de 90%Zn10%Sn apres recuit à 100°C pendant 2 heures 51
Tableau III.5 Les principales propriétés mécaniques de 90%Zn10%Sn apres recuit à 200°C pendant 1 heure 51
Tableau III.6 Les valeurs mesurées de la résistivité électrique p de 90%Zn10%Sn55
Tableau III.7 Les principales propriétés mécaniques du fil tréfilé de 90%Zn10%Sn dediamètre final égal à 1,56mm57
<i>Tableau III.8</i> Comparaison des propriétés mécaniques et ρ de 90%Zn10%Sn avec celles de 63%Cu37%Zn

INTRODUCTION GENERALE

De nos jours, la fabrication mécanique est la mise en forme des pièces, pour réaliser des formes complexes dans des matériaux à hautes caractéristiques mécaniques, nécessite des outils de coupe de précision, telles que : le découpage par laser, l'électroérosion...etc.

L'objectif de ce travail est de trouver un alliage léger moins couteux qui peut remplacer le fil de coupe en laiton utilisé actuellement dans la machine d'électro érosion de la BCR (Boulonnerie, Coutellerie et Robinetterie).

Les résultats du travail de B. Chihani [6] sur les propriétés électriques des alliages du système (Zn, Sn), nous ont permis de choisir l'alliage de composition 90% de Zn et 10% de Sn.

Le présent travail a pour but d'étudier la structure, les propriétés mécaniques et la résistivité électrique de cet alliage à l'état brut et à l'état traité.

Nous avons élaboré 90%Zn10%Sn par fonderie puis il a été tréfilé à froid et il a été recuit à chaque fois qu'on change la passe de tréfilage.

Nous avons divisé le présent mémoire en trois chapitres après l'introduction et avant la conclusion.

Le premier chapitre est consacré à la recherche bibliographique sur les propriétés électriques et mécaniques des alliages du système (Zn, Sn) et sur le tréfilage.

Le deuxième chapitre comporte la description du matériel et les méthodes utilisés dans les essais expérimentaux.

Le troisième chapitre contient les résultats expérimentaux obtenus et leurs interprétations.

Ce travail sera finalement clôturé par une conclusion avec proposition de quelques perspectives.

CHAPITRE I : RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. Les propriétés des alliages du système (Zn, Sn)

Les propriétés qui justifient l'utilisation des alliages du système (Zn, Sn) sont diverses. Nous citerons entre autres, la résistance à la corrosion, la conductivité électrique, la ductilité et leurs légèretés.

I.1.1. Les propriétés de l'étain

L'étain est un des métaux les plus anciennement connus, sous forme d'alliage avec le cuivre, à l'époque dénommée âge du bronze [1].Ce métal, relativement rare et cher, est malléable et ductile ; il est plus dur mais moins lourd que le plomb, et sa brillance argentée persiste longtemps quand il est exposé à l'air sec aussi bien à l'extérieur qu'à l'intérieur. Un bruit caractéristique du métal solidifié sous la forme d'un bâtonnet, et qui se manifeste chaque fois qu'on le plie, est dû au frottement des cristaux entre eux et est appelé le cri de l'étain.

Les applications multiples de l'étain, à l'époque contemporaine, se répartissent entre les divers domaines d'utilisation où sa présence est indispensable soit comme constituant d'alliages à usages bien déterminés (bronzes, brasures, régules...etc.), soit comme revêtement d'autres métaux, ou encore sous forme de composés chimiques[2].

Les tableaux I.1 et I.2 donnent respectivement, les principales propriétés physiques et mécaniques de l'étain.

Structure cristalline	Masse volumique [g/cm ³]	Masse atomique	Point de fusion [°C]	Conductivité thermique [W m ⁻¹ K ⁻¹]	Résistivité électrique [μΩ · cm]
blanc(β) quadratique	7,29	118,71	231,9	62,8 (0°C)	11 (0°C)
gris (α) cubique	5,77	118,71	231,9	62,8 (0°C)	300 (0°C)

Tableau I.1 Propriétés physiques de l'étain [2].

Charge de rupture	module d'Young	Dureté Brinell	
[MPa]	[MPa]	[HB]	
14,8	41 595	3,9	

Tableau I.2 Propriétés mécaniques De l'étain à l'ambiante [2].

I.1.2. Les propriétés du zinc

Le zinc est un élément chimique, de symbole Zn et de numéro atomique30.Il résiste à la corrosion atmosphérique, par formation d'une couche imperméable de carbonate basique $3Zn(OH)_2+ 2ZnCO_3$. Il a des propriétés électrochimiques fortement anodiques, une grande électronégativité par rapport à l'acier, d'où utilisation pour la protection contre la corrosion par revêtement suivant divers procédés (la galvanisation qui se développa dès que le métal devint disponible, le zingage électrolytique et la métallisation).Il est utilisé à l'état laminé pour la fabrication de plaques de photogravure et couvertures de bâtiment. Généralement, les perfectionnements apportés aux procédés ont nécessité la mise au point de zincs alliés ou d'alliages spécifiques à cet usage [5].

Les tableaux I.3 et I.4 donnent respectivement, les principales propriétés physiques et mécaniques du zinc.

Tableau I.3 Propriétés	physiques	du Zn	[4,5].
------------------------	-----------	-------	--------

Structure cristalline	Masse atomique	Masse volumique [g∙cm ⁻³]	Point de fusion [°C]	Conductivité thermique [W m ⁻¹ K ⁻¹]	Résistivité électrique [μΩ · cm]
НС	65,4	7,134 (25 °C)	418	113 (25°C)	5,92 (25°C)

résistance à la traction [MPa]	limite d'élasticité [MPa]	Allongement [A %]	module d'Young [MPa]
200 à 300	160 à 200	10 à 30 %	93 000

Tableau I.4 Les propriétés mécaniques du Zn à l'ambiante [4,5].

I.1.3. Les alliages du système (Zn, Sn)

Ces alliages, qui résistent également bien à la corrosion, sont par ailleurs très utiles pour réaliser l'assemblage par brasage tendre de l'aluminium (avec des compositions soit de 20 % Zn, soit de 8 à 15 % Zn). La figure I.1 représente le diagramme d'équilibre du système (Zn, Sn). Il est très simple et il représente un eutectique à 198°C, de composition 92 % de Sn et 8 % de Zn. La présence de cet eutectique, même à teneurs très faibles ($\leq 0,05\%$) dans des alliages, donne lieu à une abondance de films inter cristallins très tenaces qui fragilisent fortement ces alliages. On recommande aussi d'additionner très peu d'étain à la coulée du zinc pour réduire fortement la contraction lors de sa solidification au moulage (limite de solubilité de Sn, à l'état solide, inférieure à 0,05 %).On fait aussi des alliages additionnés soit de 5 à 15 % de Sb pour mieux résister à la compression, soit de 0,9 à 1,5 % de Cu pour accroître la dureté des alliages du système (Zn, Sn) (70 % de Sn et 30 % de Zn, 50 % de Sn et 50 % de Zn et 30 % de Sn et 70 % de Zn) [2].



Figure I.1 Le diagramme d'équilibre des alliages Sn-Zn.

I.1.4. Les microstructures du système (Zn, Sn)

Les microstructures des alliages du système (Sn, Zn) à l'état brut sont représentées sur la figure I.2. Elles montrent que ces alliages ont globalement une structure biphasée, composée de l'eutectique en noir et de la phase Zn en blanc. La structure dendritique est clairement observée dans lingot à 80% de Zn. Il existe aussi des cavités (lingot à 90% de Zn), ceci est dû au fait que les conditions de refroidissement ne sont pas atteintes et le liquide n'a pas été agité très convenablement pour lui permettre d'être complètement homogène. Au fur et à mesure que le pourcentage de Zn augmente la forme géométrique de l'eutectique se rétrécit et se peaufine dans les joints de grains (l'alliage à 90% de Zn) [6].



Figure I.2 Les microstructures des Alliages du système (Zn, Sn) à l'état brut [6].

La figure I.3 représente les microstructures des alliages du système (Zn, Sn) à l'état traité. On remarque la disparition de la structure dendritique et la coalescence de la phase eutectique. Cette état coalescé diminue au fur et à mesure que le pourcentage de Zn augmente, jusqu'à obtenir une structure constituée de fines particules de l'eutectique dispersées dans la matrice de Zn (l'alliage à 90% de Zn). Les microstructures correspondant à des alliages respectivement, à 50 et 60% de Zn sont pratiquement biphasés [6].



Figure I.3 Les microstructures des alliages du système (Zn, Sn) à l'état recuit [6].

I.2. Généralité sur le durcissement structural

Les utilisateurs d'alliages métalliques ont besoin d'un métal qui peut être mis en forme aisément et capable d'acquérir des caractéristiques mécaniques qui lui permettent de résister efficacement à la déformation plastique et à la rupture dans les conditions d'emploi. On sait que les principaux mécanismes de la déformation plastique ont pour origine le déplacement, sous contrainte, des dislocations qui sont des configurations particulières d'atomes que l'on trouve dans tous les corps cristallins. Pour durcir un métal, autrement dit augmenter sa limite d'élasticité, il faut donc trouver les

moyens de gêner le déplacement des dislocations sans l'entraver totalement afin d'éviter une fragilité inacceptable. Pour ce faire, on introduit dans le réseau cristallin des obstacles de différentes sortes qui freinent le déplacement des dislocations ; ce sont par exemple :

- ✓ d'autres dislocations qui interceptent le plan de glissement des dislocations mobiles (durcissement par écrouissage);
- des atomes étrangers en insertion ou en substitution dans le réseau cristallin (durcissement par soluté);
- ✓ des précipités de particules de deuxième phase dispersées dans les grains (durcissement structural);
- ✓ des joints de grains et des interfaces entre les constituants majeurs de la microstructure.

I.3. La résistivité électrique des matériaux

La résistivité d'un matériau et son inverse, la conductivité caractérisent sa faculté de laisser passer plus ou moins facilement le courant électrique. Le passage d'un courant électrique d'intensité I dans un matériau de résistance R engendre un dégagement d'énergie, dit effet Joule :

$$W = RI^2 \qquad (I.1)$$

Avec

R : résistance exprimée en ohm.

W : en watt et Ien ampère.

La loi d'Ohm permet de calculer la résistance électrique R d'un matériau de longueur L et de section S :

$$R = \rho L/S \qquad (I.2)$$

Avec :

 ρ : résistivité du matériau qui s'exprime dans le système international en $\Omega \cdot m$ avec un sous-multiple pour les métaux, le $\mu\Omega \cdot cm$. L'inverse de la résistivité est la conductivité σ [7]. La Figure I.4 schématise un conducteur.



Figure I.4 Elément de conducteur de section S et de longueur L [6].

I.4. Influence des traitements mécaniques et thermiques sur la résistivité électrique

Les traitements mécaniques que subissent les métaux ont une influence non négligeable sur leur résistivité, qui dépend du métal considéré. Par exemple, un laminage de l'argent, qui réduit son épaisseur de 90 %, entraîne une augmentation de sa résistivité de 5 %. De la même façon, l'écrouissage de l'aluminium et du cuivre accroît leur résistivité de quelques pour-cent. Avec le fer, il n'y a pratiquement pas d'influence de l'écrouissage, tant que celui-ci reste faible, c'est-à-dire correspondant à un allongement de l'ordre de 5 % ; par contre, au-delà, on constate une augmentation assez brusque de la résistivité qui peut atteindre 6 %.

Les traitements thermiques ont également une influence assez importante sur les caractéristiques électriques de tous les métaux. Les recuits, en particulier, tendent le plus souvent à diminuer la résistivité, mais dans des proportions qui dépendent du corps considéré, des températures et des durées du recuit, des contraintes mécaniques préalables, etc. La figure I.5 montre, à titre d'illustration, l'évolution de la résistivité d'un fil d'aluminium faiblement allié (de 0,8 mm de diamètre) en fonction de la température d'un recuit *flash* (0,2 s) [8].



Figure I.5 Variation de la résistivité d'un fil d'aluminium faiblement allié avec la température d'un recuit flash [8].

La résistivité électrique est extrêmement sensible à la pureté et à la composition. Les valeurs de la résistivité couvrent plusieurs ordres de grandeur, depuis $10^{-8} \Omega \cdot m$ pour les métaux jusqu'à $10^{17} \Omega \cdot m$ pour les polymères [5].

I.5. Les essais de duretés

Nous passerons en revue les différents essais de duretés couramment utilisés dans l'industrie et la recherche.

I.5.1. Dureté Brinell

La première des techniques modernes pour mesurer la dureté des métaux est dureté Brinell. Dans l'essai Brinell, une sphère dure est pressée normalement sur la surface du matériau (figure I.6). La dureté Brinell HB définie comme étant le rapport entre la charge et l'aire de la calotte sphérique de l'empreinte est donnée par la relation suivante

HB = charge appliquée / aire de la calotte sphérique de l'empreinte La dureté brinell (HB) est donnée par [10] :

$$HB = \frac{2P}{\pi D (D - \sqrt{D^2 - d^2})} \left[\frac{kg}{mm^2}\right]$$
(I.3)

- D : diamètre du pénétrateur (mm)
- d : mesure de l'empreinte réalisée à 90° (mm)
- P : charge d'essai (kg).



Figure I.6 L'empreinte laissée par l'essai de brinell [10].

I.5.2. Essais de dureté Rockwell

L'essai consiste à mesurer la profondeur de l'empreinte laissée par le pénétrateur de forme géométrique conique (figure I.7), ou bien sphérique (figure I.8), appuyé sous faible charge, sur la surface à essayer et dans des conditions bien précisées. Le pénétrateur conique est de diamant de section circulaire, d'angle au sommet 120°, à pointe arrondie sphérique (rayon de 0,2mm) [10]. Le pénétrateur sphérique est une bille d'acier trempé polie de diamètre 1,588mm ou 3.175mm (figure II.8). Des précautions opératoires sont également à prendre, tellesque; le fini superficiel de la pièce doit être satisfaisant, la pièce doit bien reposer sur son support pour éviter le déplacement du métal dans la région où se forme l'empreinte et les chocs et les vibrations doivent être évités. L'essai se déroule en trois phases (figure II.7):

✓ Application sur le pénétrateur d'une charge initiale F₀= 98 N (soit 10 kgf). Le pénétrateur s'enfonce d'une profondeur initiale I. Cette profondeur étant l'origine qui sera utilisée pour mesure la dureté Rockwell.

- ✓ Application d'une force supplémentaire F_1 . Le pénétrateur s'enfonce d'une profondeur de p
- ✓ Relâchement de la force F_1 et lecture de l'indicateur d'enfoncement [10].



Figure I.7 Les différentes étapes de l'exécution d'un essai Rockwell (cône) [10]



Figure I.8 Principe de la dureté Rockwell (échelle B, bille en acier) [10].

- I : pénétration initiale avant charge additionnelle
- P : pénétration avec charge additionnelle
- r : pénétration rémanente sans la charge additionnelle
- La valeur de dureté est donnée par la formule suivante:
 - ➢ Échelle B, E et F

 $HRB=130 - r \qquad (I.4)$

➢ Échelle C

$$HRC = 100 - r$$
 (I.5)

L'unité de dureté Rockwell correspondant à une pénétration de 0,002 mm. (Voir figure I.7) La valeur de r étant l'enfoncement rémanent obtenu en appliquant puis en relâchant la force F

Échelle	Symbole	Pénétrateur	Valeur de la force totale F ₀ + F ₁	Application
А	HRA	Cône de diamant de section circulaire à pointe arrondie sphérique de 0,2 mm	981 N	Carbure, acier en en épaisseur mince
В	HRB	Bille d'acier de 1,588 mm (1/16 de pouce) de diamètre	1471,5 N	Alliage de cuivre, acier doux, alliage d'aluminium Matériaux ayant une résistance à la rupture comprise entre 340 et 1000 MPa
С	HRC	Cône de diamant de section circulaire à pointe arrondie sphérique de 0,2 mm	588,6 N	Acier, fonte, titane Matériau ayant une dureté résistance à la rupture supérieure à 1000 MPa
D	HRD	Cône de diamant de section circulaire à pointe arrondie sphérique de 0,2 mm	981 N	
Е	HRE	Bille d'acier de 3,175 mm (1/8 pouce) de diamètre	981 N	Fonte, Alliage d'aluminium et de fonte
F	HRF	Bille d'acier de 1,588 mm de diamètre	588,6 N	Alliage de cuivre recuit, fine tôle de métal.
G	HRG	Bille d'acier de 1,588 mm de diamètre	1471,5 N	Cupro-nickel, Alliage cuivre- nickel-zinc

Tableau .	I.5 Les	différentes	échelles de	dureté	Rockwell	[10].
-----------	----------------	-------------	-------------	--------	----------	-------

I.5.3. Essai de dureté Vickers

Il consiste à imprimer dans le métal testé un pénétrateur en diamant de forme géométrique pyramidal a base carrée, d'angle au sommet entre deux faces opposées de 136°, sous l'action d'une force connue figure I.9. On mesure la diagonale de l'empreinte carrée laissée par le pénétrateur. L'avantage d'un pénétrateur pyramidal (comme d'un pénétrateur conique) est quand on fait varier la charge, on obtient des empreintes géométriquement semblables entre elles, donc des valeurs identiques pour la dureté. Généralement la gamme des forces utilisables (5 à 100 kgf) permet d'appliquer cette méthode avec toutes les dimensions d'échantillons. En choisissant la force donnant une empreinte telle-que la diagonale d doit être inférieur aux deux tiers de l'épaisseur. Des précautions opératoires nécessaires à apprendre lors de l'exécution de l'essai Vickers telles que :

- ✓ Les empreintes étant petites, les irrégularités de la surface prennent une importance plus grande encore que dans les essais précédents, particulièrement pour les fortes duretés et les faibles charges, l'état de surface doit être aussi parfait que possible.
- ✓ La distance entre le centre d'une empreinte et le bord de la pièce ou les côtes d'une autre empreinte ne doit pas être inférieure à 2,5 fois la diagonale. L'épaisseur de la pièce doit être supérieure à 1,5 fois la diagonale de l'empreinte.
- ✓ La pièce doit reposer sur le support de façon régulière et uniforme.
- ✓ L'état du diamant doit être fréquemment vérifié [10].





Dans l'essai Vickers une pyramide à base carrée en diamant est utilisée comme pénétrateur. La dureté Vickers H_V est le rapport entre la charge appliquée et la surface de l'empreinte et elle est donnée par la relation suivante [11] :

$$H_{\rm V} = \frac{2Fsin68}{gd^2} = 1.8544 \frac{P}{d^2} = 0.189 \frac{F}{d^2}$$
(I.6)

Avec; $d = \frac{d_{1+}d_2}{2}$

F (N) : La charge appliquée au pénétrateur d (mm) : Le diagonale moyen de l'empreinte

I.5.4. Essai de micro dureté

Cette méthode permet de se libérer de la dispersion et de l'imprécision des déterminations des duretés des matériaux rencontrées avec les mesures classiques de dureté. Elle a le même principe de la méthode statique, mais avec une charge appliquée à l'indenteur inférieur à 1kg et la taille de l'empreinte laissée par la pointe sur la surface peut varier de quelques centaines de micromètres. Elle permet de résoudre de nombreux problèmes tels que : la mesure de la dureté des couches minces, évaluation de l'écrouissage local, exploration d'alliages à phases multiples, etc. Des phénomènes influençant les mesures des microduretés nécessitent certaines précautions opératoires tels que :

- ✓ L'empreinte doit être suffisamment nette pour permettre une lecture précise, ce qui exige un bon état de surface de la pièce testée.
- ✓ La légère croissance de dureté jusqu' à la charge de 1kg, montre la nécessité de spécifier la charge sous laquelle la mesure a été fait pour obtenir des résultats comparables.
- ✓ Prendre en considération la charge maximale à appliquer de manière que la dureté du métal support n'intervienne pas dans les mesures [10].

I.6. Essai de traction

L'essai de traction est l'un des essais mécaniques les plus fréquents. Il sert, comme nous le verrons à déterminer avec certitude plusieurs propriétés mécaniques des matériaux (limite d'élasticité, charge de rupture, allongement...) qui sont importantes. On déforme une éprouvette, habituellement. Jusqu'à la rupture, en appliquant le long de son axe une force qui croit graduellement. Des éprouvettes du matériau concerné, en forme de barreau cylindrique ou prismatique comportant une partie centrale calibrée à section constante S_0 et longueur L_c raccordée à chaque extrémité à deux têtes de section plus importante, sont fixées dans une machine de traction. La machine impose un allongement croissant à l'éprouvette, et enregistre simultanément l'effort appliqué F et l'allongement $\Delta L=L - L_i$. Selon l'équipement utilisé, L_i est soit la longueur totale initiale L_c , soit une longueur initiale de référence L_0 entre deux repères tracés sur l'éprouvette (Figure I.10)[5, 9].



Figure I.10 Schéma d'une éprouvette de traction cylindrique et de son évolution en cours d'essai [5].

Généralement une courbe de traction conventionnelle a l'aspect montré dans la figure I.6 :



Figure I.11 Courbe conventionnelle de traction [12].

Les différents domaines de la courbe de traction sont :

OA: allongement élastique linéaire, réversible.

OB : la phase élastique.

BC : la phase plastique.

Entre Fm et D qui la phase de striction.

D : la rupture.

Les déformations de l'éprouvette sont permanentes et irréversibles.

Les principales valeurs caractéristiques de traction que nous pouvons en déduire sont donc :

Limite élastique R_e

C'est l'effort de la limite élastique F_e divisé par la section initial S_0 de l'éprouvette

$$\mathbf{R}_{e} = \mathbf{F}_{e} / \mathbf{S}_{0} \tag{I.7}$$

> Résistance à la rupture R_r

C'est le quotient de l'effort de rupture F_r divisé par la section initiale S_0 de l'éprouvette.

$$\mathbf{R}_{\mathrm{r}=}\,\mathbf{F}_{\mathrm{r}}/\mathbf{S}_{\mathrm{0}} \tag{I.8}$$

> Allongement à la rupture A%

L'allongement maximum de rupture L_r est égal à la différence des longueurs de l'éprouvette après rupture L_u et avant l'essai L_0 .

$$L_r = L_u - L_0 \tag{I.9}$$

D'où

$$A\% = (L_u - L_0)/L_0 * 100$$
 (I.10)

> Module d'élasticité ou module de Young E

Le module de Young E est donné par la relation suivante

$$\mathbf{E}_{=} \mathbf{R}_{e} / \varepsilon \tag{I.11}$$

$$E = F_e L_0 / S_0 a$$
 (I.12)

> La striction Z

La striction est la réduction localisée des dimensions transversales de l'éprouvette se produisant au cours de l'essai sous l'influence de la charge.

Le coefficient de striction Z est le rapport de la variation ultime de la section transversale $S_0^{-}S_u^{-}$ à la section initiale S_0^{-} .

$$Z = (S_0 - S_u) / S_0$$
 (I.13)

L'allongement de striction Z_u est le rapport de variation ultime de section transversal produite par l'essai S_0 - S_u à la section après rupture S_u .

$$Z_{u} = (S_0 - S_u) / S_u$$
 (I.14)

I.7. Le tréfilage

Connu depuis l'antiquité, le tréfilage permet d'obtenir des fils métalliques de sections et de formes bien déterminées .Le principe du tréfilage, est défini dans le sens du mot, qui fait appel à deux notions: celle de "traction" et celle de "fil" (figure I.12), c'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'action d'une force de traction et en présence d'un lubrifiant [12].Cette technique utilise l'aptitude à la déformation plastique du métal .Les fils obtenus par tréfilage (diamètre couramment compris entre 0,10 et 20 mm) ayant une forme définie et régulière, une section précise et des caractéristiques mécaniques adaptées [13].



Figure I.12 Principe du tréfilage [13].

I.7.1. Écrouissage

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 et striction) retient tout particulièrement l'attention du tréfileur. Nous rappelons les définitions des grandeurs mécaniques utilisées pour décrire le tréfilage [12,13].

> L'allongement du fil λ

La conservation du volume, entre l'entrée et la sortie de filière, au cours de la déformation plastique permet d'écrire que Se.Le=Ss.Ls. Nous avons alors :

$$\lambda = L_s - L_e = L_e (1 - \frac{s_e}{s_s})$$
 (I.15)

Avec Le, Ls : la longueur initiale et finale du fil.

Et S_e , S_s : la section initiale et finale du fil.

La réduction du fil

$$R = \frac{S_s}{S_e} = \frac{L_e}{L_s}$$
(I.16)

I.7.2. Variations des caractéristiques mécaniques en fonction de l'écrouissage

Au fur et à mesure que le fil s'écrouit :

- \checkmark sa résistance à la traction augmente et semble tendre vers une limite.
- ✓ sa limite d'élasticité croît plus rapidement que la résistance à la traction 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. La figure I.13 montre les variations de l'allongement (A), de la résistance à la traction (R) et de la limite élastique (R_e) en fonction de l'écrouissage d'un acier doux [12].



Figure I.13 Variation de A, R et R_e en fonction de la déformation d'un fil d'acier à 0,06% C, brut de laminage [13].

I.7.3. Les éléments du tréfilage

Les trois éléments-clés du tréfilage sont :

I.7.3.1. Le fil machine

Le fil machine ou le métal d'utilisation est défini comme un produit de section pleine. La forme la plus couramment utilisée est la forme circulaire dont le diamètre varie de 5,5 à 30 mm.

I.7.3.2. La filière

La filière (figure I.14) constitue l'élément fondamental de l'opération de tréfilage. Elle est constituée d'un noyau dur généralement en carbure de tungstène ou en diamant et d'une monture en acier. La surface intérieure est constituée d'une succession de formes de révolution à génératrices généralement rectilignes, ce sont:

- ✓ cône d'entrée, qui permet l'entraînement du lubrifiant.
- ✓ cône de travail.
- ✓ portée cylindrique, dont la longueur est comprise entre 1/3 et 1/2 du diamètre à obtenir.
- ✓ cône de sortie ou chanfrein de dégagement [13].



Figure I.14 Profil d'une filière [13].

Au cours du tréfilage, le matériau de filière se dégrade : l'endommagement peut provenir d'une usure par fatigue ou d'une usure abrasive liée à une mauvaise lubrification. La durée de vie d'une filière est conditionnée par de nombreux facteurs :

- ✓ la nuance du métal, la préparation de surface du fil (qui va "accrocher" le lubrifiant), l'état de surface du fil machine (rugosité).
- ✓ nature et forme de la filière (angles de raccordement), le refroidissement, le lubrifiant et la vitesse de tréfilage [12].

I.7.3.3. Le lubrifiant

L'écoulement du fil lors de l'opération de tréfilage nécessite des lubrifiants qui doivent :

- ✓ résister aux fortes élévations de température.
- ✓ réduire la force à exercer pour obtenir la déformation.
- ✓ assurer un régime de lubrification stable.
- ✓ supporter les opérations successives de tréfilage [16].

I.7.4. Les paramètres influençant le tréfilage

I.7.4.1. La force

Lors de l'étirage des fils à travers une filière, les contraintes influencent considérablement les conditions de travail. La déformation plastique intervient dans la filière sous l'effet combiné de la force de traction appliquée au fil et de la compression latérale qui apparaît le long des parois de la filière comme une force de réaction (figure I.15). A 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 internes 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 (μ). Le fil est caractérisé, par sa contrainte d'écoulement plastique (σ_0) et les diamètres d'entrée (D_0) et de sortie (D_1). Déférents modèles ont été proposés pour évaluer l'effort de tréfilage à appliquer (F), pour tirer le fil à travers la filière. Les modèles de Siebel et Bonzel, donnent la contrainte de tréfilage (σ) en fonction de la déformation appliquée ε (équation (17)), pour des angles α faibles [12].

$$\sigma = \sigma_0 \varepsilon \left(1 + \frac{\mu}{\alpha} + \frac{3}{4} \frac{\alpha}{\varepsilon} \right)$$
(I.17)

p D $\sigma + d\sigma$ σ d dz Fil Filière p $F = \pi \frac{d^2}{4} \sigma$ diamètre d'entrée du fil D diamètre de sortie du fil force de tréfilage pression de contact D demi-angle de la filière contrainte de tréfilage σ cission de frottement à l'interface

 $\epsilon = \ln \left(D_0 / D_1 \right) \tag{I.18}$

Figure I.15 Décomposition des forces au cours de l'écoulement en filière [13].

I.7.4.2. Le frottement

Contrairement à d'autres procédés où il est moteur, le frottement est un phénomène parasite pour le tréfilage. Il génère une augmentation de la force de tréfilage et de la température au cours de l'opération et rend les conditions de tréfilage critiques (rayures du fil, usure de la filière). L'objectif du tréfileur est donc de le minimiser en ajustant les paramètres du procédé (réduction du fil, angle de filière) ou en utilisant un bon lubrifiant (c'est-à-dire un lubrifiant qui recouvre de manière homogène le fil). Le frottement peut être estimé de manière expérimentale, lors d'essais de tréfilage, par mesures directe ou indirecte [12] :

- ✓ la mesure directe consiste à mesurer la force axiale et la force normale de tréfilage. Cette voie nécessite de disposer toutefois de matériels de tréfilage sophistiqués et bien instrumentés. La technique la plus connue est le "split-die", développée par Mc Lellan en 1952-53 puis améliorée par Wistreich [16], qui consiste à utiliser une filière coupée en deux et à mesurer conjointement la force qui tend à séparer les deux parties ainsi que la force axiale lors du tréfilage,
- la mesure indirecte consiste à mesurer la force axiale de tréfilage et à calculer le coefficient de frottement grâce à un modèle mécanique et à la connaissance de la contrainte d'écoulement du

Avec

fil. Ce type de calcul peut toutefois être entaché d'erreurs qui découlent d'une connaissance qu'approchée de la contrainte d'écoulement ou d'hypothèses plus ou moins discutables sur le frottement et le travail redondant. Cette approche fournit quoi qu'il en soit de bonnes estimations.

I.7.4.3. La température

L'énergie de tréfilage est dissipée et échauffe fil et filière. Aux vitesses pratiques, l'opération peut, avec une très bonne approximation, 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 (3):

 $\Delta \theta = \sigma/\rho c \qquad (I.19)$

avec :

 ρ : masse volumique du fil.

c : capacité calorifique massique fil.

 σ : contrainte d'écoulement plastique du fil.

Cet échauffement augmente avec la déformation et avec la contrainte d'écoulement plastique.

I.7.5. Les principaux défauts rencontrés en tréfilage

I.7.5.1. Défauts rencontrés pendant la transformation

De façon schématique, on peut distinguer, les défauts en volume et les défauts de surface ainsi que des défauts métallurgiques [14].

a) Défauts en volume

Il existe deux principaux types de défauts en volume [14] :

✓ Une réduction de section excessive (sur une passe, ou totale) conduit à une rupture par striction, la traction appliquée excédant la résistance mécanique du fil. On peut noter ici qu'au démarrage d'une machine, le frottement étant en générale plus élevé qu'en régime dynamique, ce phénomène peut apparaitre. Par exemple, pour une filière d'angle $2\alpha = 10^{\circ}$ et un frottement $\mu = 0.15$, la réduction de section maximale est de 30% (légèrement supérieure aux valeurs rencontrées en pratique).

✓ On rencontre également des ruptures "cup and cone" (Figure I.16), sans striction, elles sont associées, soit à un niveau de ségrégation excessif, soit à une combinaison défavorable des paramètres de tréfilage (angles de filière. Réduction de section).





b) Défauts de surface

En dehors de la mise en évidence des défauts imputables aux opérations amont, le tréfilage peut causer différents types de défauts de surface (figure I.17), les rayures et les chevrons par exemple. Ils sont associés à des insuffisances de la lubrification (éventuellement dues à une préparation de surface insuffisante) [14].



Figure I.17 Défauts en chevrons sur fil tréfilé [14].
I.7.5.2. Défauts métallurgiques

Ils se rencontrent en particulier, lors des traitements thermiques et se traduisent par une décarburation superficielle ou une calamine excessive. Ces défauts proviennent en général, d'une conduite incorrecte des opérations [14].

I.7.5.3. Défauts sur produits finis

On retrouve les défauts précédents, ainsi que des défauts de ductilité (torsion, flexion, allongement, striction) ; ces derniers traduisent, soit une défaillance des procédés de tréfilerie (tréfilage, traitement thermique), soit la préexistence de défauts sur le fil machine (inclusions souscutanées, ségrégations) [14].

I.8.Traitements thermiques et changements structuraux pendant le mécanisme d'adoucissement

Les traitements thermiques sont très importants pour l'aptitude à la mise en forme et le contrôle de la microstructure. Les traitements thermiques dans leur plus large sens, se rapportent à n'importe laquelle des opérations de chauffage et de refroidissement qui sont exécutées dans le but d'améliorer les propriétés mécaniques, la structure métallurgique, ou l'état résiduel d'effort d'un produit métallique. Les traitements thermiques des matériaux déformés regroupent des processus de relaxation de la microstructure représentés en :

- ✓ Restauration et recristallisation dynamique pendant la déformation.
- ✓ Restauration et recristallisation statique après déformation.

I.8.1. Traitement d'homogénéisation

Les pièces moulées demandent souvent des traitements thermiques d'homogénéisation pour améliorer leurs propriétés. Elles peuvent subir aussi toutes sortes de traitement thermique. Mais si elles contiennent des soufflures ou des gaz occlus, elles peuvent gonfler lors des traitements thermiques, ce qui nuit à leurs précisions dimensionnelles [17].

I.8.2. Les traitements d'adoucissement

Les modifications de structure produites par déformation constituent un écart à l'équilibre du métal. L'énergie libre augmente surtout par l'addition d'une énergie de déformation correspondante à l'introduction d'un grand nombre de dislocations. Mais la formation des lacunes et le passage de certains atomes en position interstitielle l'augmentent aussi. La structure a donc tendance à retourner vers l'état d'équilibre au cours de ce traitement, c'est-àdire qu'elle se restaure. Ces traitements sont généralement appliqués en cours ou en fin de la transformation structurale. Les traitements de restauration correspondent à une amélioration et un affinement du réseau du métal écroui. Cette amélioration est d'autant plus marquée que le traitement est effectué à une température inférieure à celle du seuil de recristallisation, et elle reste tributaire de la température et de la durée du traitement, pour un alliage donné. Dans le pratique industrielle, deux types de traitements sont essentiellement utilisés pour obtenir les états restaurés, à savoir :

- ✓ les traitements de courte durée (quelques minutes) généralement effectués dans des fours à passage; ces traitements consistent alors en des chauffages rapides à température relativement voisine de celle de la recristallisation, avec des faibles tolérances de temps et de température.
- ✓ les traitements de longue durée (quelques heures) consistant en un chauffage à température plus basse que précédemment, mais avec des tolérances assez grandes de temps de recuit ou restauration, généralement appliqués en cours ou en fin de transformation [18].

La restauration est le stade de recuit qui précède celui de l'apparition de nouveaux grains à faible densité de dislocation ou encore, c'est tout processus thermique qui ne fait pas appel au mouvement des joints, elle peut s'effectuer soit :

- ✓ pendant la déformation et elle se nomme la restauration dynamique.
- ✓ après la déformation elle se nomme la restauration statique.

I.8.3. Traitement de recuit de recristallisation

Pour certains matériaux, la restauration n'est pas suffisamment efficace en termes d'élimination de l'écrouissage. D'où le recours à la recristallisation où l'adoucissement se produit alors par la germination et la croissance de nouveaux grains qui entraînent une élimination beaucoup plus rapide des dislocations. Grains écrouis, fortement « allongés »,

sont peu à peu remplacés par des nouveaux grains équiaxes. Qu'il s'agisse de recristallisation ou de transformation allotropique, les sites préférentiels de germination des nouveaux grains métallurgiques sont les joints de grains. Ils constituent en effet des circuits de diffusion efficaces et, dans le cas de la recristallisation, des zones d'accumulation de l'écrouissage qui, s'il peut paraître homogène à l'échelle macroscopique, est en réalité fortement hétérogène à l'échelle microscopique [19]. Les traitements de recuit de recristallisation augmentent de façon considérable la plasticité mais diminuent en contrepartie, la limite d'élasticité, la charge de rupture et la dureté. Le traitement de recuit de recristallisation conduisant à la naissance de nouveaux cristaux, on recherche en général une recristallisation plastique. Toutefois, dans certaines conditions, il est possible d'obtenir un grain de recristallisation grossier, ce grain apparaissant généralement soit par recristallisation sur écrouissage critique, soit par recristallisation secondaire [18]. La température de recristallisation *Trec* varie selon la nature d'un alliage à un autre ainsi que la teneur des éléments d'addition, mais en général elle est calculée par la relation suivante [20, 21, 18] :

Trec \geq **0,4 .Tfusion** (I.20)

La recristallisation, également, se présente sous deux formes, la dynamique et la statique.

I.8.3.1. Recristallisation dynamique

C'est un processus d'adoucissement qui a lieu pendant la déformation, et est une caractéristique de certains métaux qui ont une énergie en défauts d'empilement assez basse [19, 22] et dans laquelle la restauration dynamique est incapable de réduire la densité de dislocations pour stabiliser le niveau de la contrainte, il existe une valeur critique de la déformation au-delà de laquelle de nouveaux grains peuvent apparaître. La présence de ces grains recristallisés, contenant une très faible densité de dislocation, induit un adoucissement très efficace de la structure.

I.8.3.2. Recristallisation statique

C'est le mode privilégié d'évolution structurale des métaux déformés plastiquement par laminage, forgeage ou extrusion, et maintenus à une haute température. La recristallisation statique est un processus diffusionnel gouverné par germination et croissance [19].

I.8.4. Influence des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques

Dans le cas on a un traitement thermique après une déformation (laminage) : le temps s'élève, au point de passer directement de l'état écroui à la recristallisation primaire à haute température. L'énergie motrice gagnée au cours de l'évolution est l'énergie des dislocations pour la recristallisation primaire, et celle des joints de grains pour la recristallisation secondaire : les durées d'incubation et de transformation sont donc d'autant plus réduites que le matériau de départ est écroui (figure I. 18), et la recristallisation n'est pas observable en dessous d'un certain écrouissage critique. En cas de forte déformation imposée à chaud (laminage à chaud, forgeage, extrusion...), une recristallisation dynamique peut avoir lieu pendant la déformation même [5]. La recristallisation est précédée par la formation des nouveaux grains par germination et croissance dans un métal écroui. Cette transformation est accompagnée d'une diminution de R_m et R_e et d'une augmentation de l'allongement A% comme le montre la figure I.19 [3].



Figure I.18 Evolution de la dureté au cours de la restauration et de la recristallisation [5].



Figure I.19 Evolution des produits des alliages métalliques lors de la restauration et de la recristallisation [3].

CHAPITRE II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Nous citerons dans ce chapitre les équipements et les techniques expérimentales utilisées dans ce travail.

II.1. Elaboration des alliages à base du système (Sn, Zn)

L'élaboration de nos alliages par la méthode de fonderie a nécessité la fabrication des moules à partir des briques réfractaires (figure II.1).



- 1. Couvercle
- 2. La moitié du moule
- 3. Serre joint
- 4. Vue de l'intérieur de la moitié du moule.

Figure II.1 le moule préparé pour réaliser notre alliage.

Nous avons utilisé les données du diagramme d'équilibre du système (Zn, Sn) établi en fraction massique (figure I.1) et les densités de zinc et de l'étain de la littérature, pour calculer les masses de Zn et de Sn nécessaires à l'élaboration de notre alliage.

La pesée a été effectuée par une balance électronique de précision de 0,01g (figure II.5).

L'élaboration a été réalisée dans un four à creuset (figure II.4). Nous avons recouvrit notre mélange par une matière réfractaire, pour isoler et éviter l'évaporation du zinc au cours de l'élaboration.

Notre liquide était secoué périodiquement (chaque deux heures pendant une journée) et sa température était constamment contrôlée par une sonde (figure II.3).

Le liquide suffisamment homogène obtenu, est directement coulé dans un moule préchauffé déjà à 200°C.

Nous avons élaboré trois lingots de l'alliage du système (Zn, Sn) de longueur de 50mm, de diamètre de 8mm et de composition de 90% de Zn et 10% de Sn.



Figure II.2 Le pied à coulisse



Figure II.3 La Sonde.



Figure II.4 Le four à creuset.



Figure II.5 La balance électronique.

II.2. Observation métallographique

L'étude métallographique nécessite une préparation préalable des échantillons à observer par un microscope optique.

II.2.1. Préparation des échantillons

Des petites rondelles d'épaisseurs de 1mm ont été découpées à partir des lingots de différents diamètres. Ces rondelles ont été enrobées à froid, pour éviter tout risque de transformation structurale (figure II.6). Puis, ils vont subir graduellement un polissage mécanique à l'aide de papiers émeri (sa granulométrie varie de 240 à 1200). La finition par un polissage sur feutre avec une suspension d'alumine de granulométrie de 6µm, permet d'obtenir un état de surface miroir.

L'attaque chimique de ces surfaces miroirs par le biais d'un réactif (pour les alliages du système (Zn, Sn) est le Nital à 5%), permet de révéler la microstructure. La durée d'attaque ne doit pas excéder à quelques secondes.



Figure II.6 Quelques échantillons enrobés.

II.2.2. Microscope Optique

L'observation des microstructures a été réalisée à l'aide d'un microscope optique de type OPTIKA M.789 relié un ordinateur muni d'une caméra numérique avec logiciel OPIKA VIEW (figure II.7), ce qui facilite la sauvegarde et le traitement des micrographies obtenues. La microscopie Optiquea un agrandissement qui varie de 50 à 500. Pour nos échantillons, nous avons utilisé l'agrandissement 500.



Figure II.7 Microscope optique équipé d'une caméra et relié à un ordinateur

II.3. Le laminage

Notre alliage brut a subi un traitement mécanique préalable avant le tréfilage. Ce traitement consiste à un laminage à froid. Ce laminage nous a permis de réduire les porosités, les défauts d'élaboration et d'ajuster le diamètre de notre lingot à celui de la tréfileuse. La figure II.8 montre le laminoir utilisé, c'est un laminoir semi-automatique à double cylindres de marque VOF, comportant plusieurs cannelures (au nombre de 16) disposées côte à côte avec un diamètre qui diminue de 7 à 1mm.



Figure II.8 Le laminoir cylindrique utilisé.

II.4. Le tréfilage

La figure II.8 montre la tréfileuse utilisée pour transformer notre lingot en fil écroui de différents diamètres (de 6 à 1mm). L'échantillon subit un traitement thermique d'adoucissement (à 160°C pendant 10mn), avant chaque étape de réduction de diamètre. Pendant le tréfilage on utilise un lubrifiant pour faciliter le contact entre le fil et la filière.



- 1- Porte filières.
- 2- Filières.

Figure II.9 Les éléments de la tréfileuse utilisée.

II.5. Traitement thermique

Nos lingots ont subi un traitement thermique d'adoucissement à chaque fois qu'on réduit leurs diamètres. Il consiste à un maintien à 100°C pendant 2 dans un four à moufle (figure II.10).



Figure II.10 Le four à moufle.

II.6. Mesure de la résistivité électrique

La résistance électrique de nos échantillons a été mesurée par le dispositif de la figure II.10. Ce dispositif est composé d'une alimentation stabilisée (1) qui fournit un courant stabilisée compris entre 0,1 et 12,6A et d'un millivoltmètre (2) qui sert à mesurer la tension.

La résistivité électrique ρ de nos échantillons est calculée à partir de la formule suivante :

$$\rho = \frac{U}{I} X \frac{s}{L}$$
(II.1)

Avec

S : Section du fil.

- L : La longueur du fil.
- U : La tension récoltée.
- I : L'intensité du courant imposée.



Figure II.11 dispositif de mesure de résistivité.

II.7. Essai dureté et la microdureté

La mesure de la dureté de nos échantillons a été réalisée à l'aide d'un durométre universel à affichage digital (figure II.12). Par contre, la mesure de micro dureté de nos microstructures a été effectuée par le micro duromètre de la figure II.13.

Techniques expérimentales

La figure II.14 schématise le principe de l'essai de la micro dureté et la figure II.15 montre l'empreinte laissée par l'essai de la micro dureté sur la microstructure. La charge utilisée pour nos échantillons est de 200g et la valeur retenue est la moyenne arithmétique de trois valeurs mesurées dans trois endroits différents de l'échantillon.



Figure II.12 Le duromètre utilisé.



Figure II.13 Le micro duromètre utilisé.



Figure II.14 Schéma de principe de l'essai Vickers.



Figure II.15 L'empreinte laissée par l'essai de la micro dureté sur la microstructure.

II.8. Essai de traction

Les essais de traction sur nos échantillons ont été réalisés à l'entreprise CATEL. La figure II.16 montre la machine de traction utilisée, elle ne nécessite pas une préparation préalable de l'échantillon à essai. On met directement le fil et on applique un effort croissant jusqu'à la rupture. Les propriétés mécaniques de nos fils sont déterminées à partir des dépouillements des courbes conventionnelles de traction enregistrées.

Techniques expérimentales



Figure II.16 Machine de traction utilisée.

CHAPITRE III : RESULTATS et DISCUSSIONS

Nous allons en premier lieu, présentés nos résultats et en second lieu nous essaierons de les interpréter avant de les comparer avec ceux de 63%Cu37%Zn.

III.1. Les résultats

Les résultats expérimentaux obtenus lors de cette étude sont présentés sous forme d'images, de tableaux et de courbes.

III.1.1. Les microstructures obtenues

Nous avons opté de présenter quelques microstructures parmi de tous les microstructures réalisées sur nos échantillons étudiés. Le critère de choix est basé seulement sur la netteté et la clarté des phases présentes.

III.1.1.1. La microstructure à l'état brut de coulé

La figure III.1 représente la microstructure de notre alliage à l'état brut de coulé. Elle est constituée d'une phase mère de Zn en blanc et de l'eutectique [(90% de Sn et 10% de Zn) en masses] en noir, qui se précipite dans les joints de grains.



Diamètre final égal à 8 mm *Figure III.1* La microstructure de 90%Zn10%Sn à l'état brut de coulé.

III.1.1.2. La microstructure à l'état tréfilé avant recuit

La figure III.2 représente la microstructure de notre alliage à l'état tréfilé. Elle est la même que celle de l'état brut de coulé, sauf que dans cet état, les grains sont allongés dans le sens de tréfilage (parallèle à l'axe du fil). Cet allongement augmente au fur et à mesure que le diamètre du fil diminue (3,1 à 1,2).



Diamètre final égal à 3,1mm



Diamètre final égal à 1,8 mm



Diamètre final égal à 1,4 mm



Diamètre final égal à 1,2 mm

Figure III. 2 La microstructure de 90%Zn10%Sn à l'état tréfilé avant recuit.

III.1.1.3. La microstructure après recuit

Les figures III.3 et III.4 représentent la microstructure de notre alliage à l'état traité, respectivement, pour un maintien à 100°C pendant 2 heures et un maintien à 200°C pendant 1 heure. Le maintien à 100°C pendant deux heures n'élimine pas complétement la direction privilégiée de tréfilage (figure III.3 diamètre 1,2 mm). Par contre le maintien à 200°C pendant une heure a fait disparaitre la direction de tréfilage pour le fil qui a le diamètre final le plus faible (figure III. 4 diamètre 1,2 mm). En général, la microstructure de l'état traité a tendance se coalescer et elle est plus accentuer pour les échantillons maintenus à 200°C pendant une heure.



Diamètre final égal à 4,6 mm

Diamètre final égal à 3,4 mm



Diamètre final égal à 3,1 mm

Diamètre final égal à 1,2



Résultats et discussions





Diamètre final égal à 3,4 mm

Diamètre final égal à 2,6 mm



Diamètre final égal à 1,8 mm

Diamètre final égal à 1,2 mm

Figure III.4 La microstructure de 90%Zn10%Sn après recuit (maintien à 200°C pendant 1h).

III.1.2. La dureté et la micro dureté

Les tableaux III.1 et III.2 donnent les valeurs mesurées de la micro-dureté et de la dureté respectivement, de tous nos échantillons étudiés en fonction du diamètre final D_f ou du taux de réduction de diamètre par tréfilage R (%).

Les figures III.5 et III.6 représentent, respectivement, l'évolution de la micro-dureté des phases et de la dureté de la microstructure en fonction de R (%) de 90%Zn10%Sn. Le taux de réduction R est défini par la relation suivante :

$$R \% = \frac{D_0 - D_f}{D_0} \times 100$$
 (2)

Tableau III.1 Les valeurs mesurées de la micro-dureté de tous nos échantillons étudiées.

D _f (mm)	R(%)	Hv ₂₀₀ avant	Hv_{200} après recuit	Hv ₂₀₀ après recuit
		recuit	(100°C, 2 h)	(200°C, 1h)
5.56	6,71	29,32	27,93	25,40
5.16	13,42	29,40	28,29	26,10
4.26	28,52	32,05	30,53	29,30
3.36	43,62	33,87	32,91	31,86
2.56	57,05	35,31	33,38	33,15
1.76	70,47	37,60	36,52	34,00
1.16	80,54	39,87	37,07	35,53

Tableau III.2 Les valeurs mesurées de la dureté de tous nos échantillons étudiées.

D _f (mm)	R%	Hv ₂₀₀ avant	Hv ₂₀₀ après recuit	Hv ₂₀₀ après recuit
		recuit	(100°C, 2h)	(200°C, 1h)
5,16	13,42	21,4	20,1	18,2
4,86	18,40	22,0	21,4	19,4
4,26	28,52	23,4	22,5	19,7
3,96	33,56	24,5	22,9	20,5
3,36	43,62	25,5	24,0	21,9
3,06	48,66	26,1	24,3	23,1
2,56	57,05	27,0	25,6	23,7
1,96	67,11	27,7	25,9	24,2
1,76	70,47	28,4	26,4	25,6



Figure III.5 Evolution de la micro-dureté des phases de 90%Zn10%Sn en fonction de R (%).



Figure III.6 Evolution de dureté de la microstructure de 90%Zn10%Sn en fonction de R (%).

III.1.3. L'essai de traction

Les courbes conventionnelles obtenues à partir des essais de traction sur nos fils tréfilés, sont données à l'annexe II. Nous ne présentons ici que les résultats des fils de faible diamètre. Les tableaux III.3 , III.4 et III.5 donnent les résultats de dépouillements des courbes conventionnelles (la limite élastique conventionnelle $R_{e0,004}$, la résistance à la traction R_m , la charge ultime R_r et l'allongement A en %) en fonction du diamètre final, respectivement, à l'état brut, traité à 100°C pendant 2 heures et traité à 200°C pendant 1 heure.

Tableau III. 3 Les principales propriétés mécaniques de 90%Zn10%Sn avant recuit.

D _f (mm)	$S_0 (mm^2)$	R (%)	A(%)	Re(MPa)	Rm(MPa)	Rr(MPa)
2,56	5,145	57,05	1,48	15,55	17,88	17,04
2,26	4,009	62,08	1,77	36,91	44,39	38,05
1,56	1,910	73,83	1,45	95,27	136,10	88,60
0,96	0,723	83,89	1,44	279,22	356,62	323,39

Tableau III.4 Les principales propriétés mécaniques de 90%Zn10%Sn après recuit à 100°Cpendant 2 heures.

D _f (mm)	$S_0(mm^2)$	R (%)	A(%)	Re(MPa)	Rm(MPa)	Rr(MPa)
2,26	4,009	62,08	3,45	19,95	27,19	22,83
1,96	3,016	70,47	3,17	32,17	39,79	33,18
1,76	2,432	70,47	4,23	46,06	56,75	43,67
1,56	1,910	73,83	2,55	61,77	68,05	60,35

D _f (mm)	$S_0 (mm^2)$	R (%)	A(%)	Re (MPa)	Rm (MPa)	Rr (MPa)
2,86	6,421	52,01	8,88	22,43	26,63	22,91
1,36	1,452	77,18	6,3	82,65	108,13	100,91
0,96	0,723	83,89	8,41	167,25	230,84	224,70

Tableau III.5 Les principales propriétés mécaniques de 90%Zn10%Sn après recuit à 200°Cpendant 1 heure.

Les figures III.7 et III.8 représentent, respectivement, l'évolution de A en %, $R_{e0,004}$, R_m et R_r avec R en % avant recuit.

Les figures III.9 et III.10 représentent, respectivement, l'évolution de A en %, $R_{e0,004}$, R_m et R_r avec R en % après recuit à 100°C pendant 2 heures.

Les figures III.11 et III.12 représentent, respectivement, l'évolution de A en %, $R_{e0,004}$, R_m et R_r avec R en % après recuit à 200°C pendant 1 heure.







Figure III.8 Evolution de R_{e0,004}, R_m et R_r avec R en % de Zn₉₀Sn₁₀ avant recuit.



Figure III.9 Evolution de l'allongement avec le taux de réduction de 90%Zn10%Sn après recuit à 100°C pendant 2 heures.



Figure III.10 Evolution de $R_{e0,004}$, R_m et R_r avec R en % de $Zn_{90}Sn_{10}$ après recuit à 100°C pendant 2 heures.



Figure III.11 Evolution de l'allongement avec le taux de réduction de 90%Zn10%Sn après recuit à 200°C pendant 1 heure.



Figure III.12 Evolution de $R_{e0,004}$, R_m et R_r avec R en % de 90%Zn10%Sn après recuit à 200°C pendant 1 heure.

III.1.4. Résistivité électrique

Les résultats de la mesure de la résistivité électrique ρ de tous nos échantillons sont donnés dans le tableau III.6.

Tableau III.6 Les valeurs mesurées de la résistivité électrique ρ de 90%Zn10%Sn.

D _f (mm)	R (%)	ρ (Ωm.10 ⁻⁸)				
		Avant	Après recuit	Apres recuit		
		recuit	(100°C, 2h)	(200°C, 1h)		
5,56	6,71	6,957	6,283	5,997		
5,16	13,42	7,040	6,745	6,512		
4,86	18,46	7,162	6,797	6,683		
4,56	23,49	7,216	6,852	6,701		
4,26	28,52	7,490	7,017	6,938		
3,96	33,56	7,685	7,451	7,309		
3,66	38,59	7,916	7,556	7,397		
2,56	57,05	8,458	7,974	7,802		
2,26	62,08	8,644	8,321	8,108		
1,76	70,47	8,710	8,403	8,297		
1,56	73,83	8,920	8,470	8,323		
1,36	77,18	9,347	8,800	8,659		
1,16	80,54	9,288	8,882	8,810		
0,96	83,89	9,434	9,208	9,046		

La figure III.13 représente la variation de la résistivité électrique de nos échantillons en fonction du taux de réduction R en %, pour les trois états étudiés.



Figure III.13 Variation de la résistivité électrique de 90%Zn10%Sn en fonction de R en %.

III.2. Interprétations

Nos micrographies montrent des structures biphasées. La forme aciculaire de la phase mère Zn diminue, au fur et à mesure que le taux de réduction augmente. Pour devenir complètement allongée suivant la direction de tréfilage (structure de bandes), à partir d'un taux de réduction égale à 60% (figure III. 2). Nos micrographies (figure III.2), montrent que l'eutectique 90%Zn10%Sn est plus mou que Zn. Les micrographies de la figure III.3 montrent que le recuit à 100°C pendant 2 heures n'élimine pas la structure de bandes pour les taux de réductions supérieurs à 60%, à l'inverse du recuit à 200°C pendant une heure. Ce recuit permet de faire disparaitre cette structure, pour un taux de réduction égale à 85% (figure III.4).

Les figures III.5 et III.6 montrent que la dureté de 90%Zn10%Sn augmente avec la déformation et quelle diminue avec la température de recuit. Les valeurs de la micro-dureté sont légèrement supérieures à celles de la dureté. Ceci va conforter le résultat de la micrographie (le Zn est plus dure que l'eutectique). Nos droites sont pratiquement parallèles et linéaires et cela est dû au fait que nos lingots sont purs et ils ne contiennent pas des obstacles

mécaniques (inclusions, impuretés précipités...etc.) susceptibles de gêner cette linéarité et ce parallélisme.

Les principales propriétés mécaniques de 90%Zn10%Sn obtenues après dépouillement des courbes de traction de nos fils sont montrées sur les figures III.7, III.8, III.9, III.10, III.11 et III.12.

L'allongement A% de nos fils tréfilés augmente avec la température de recuit, sa valeur moyenne passe de 1,45 à l'état brut à 2,55 à l'état recuit à 100°C et à 7,7 à l'état recuit à 200°C, pour le fil de diamètre final égal à 1,56mm. Pour les trois états étudiés, la variation d'A% en fonction du taux de réduction R, reste pratiquement constante.

Les courbes des figures III.8, III.10 et III.12 montrent clairement que la limite élastique $R_{e0,004}$, la résistance à la traction R_m et la charge ultime R_r augmentent avec le taux de réduction R. Elles deviennent plus aigus pour R supérieur à 60% (diamètre finale du fil égal à 2,26mm). $R_{e0,004}$, R_m et R_r diminuent quand la température de recuit augmente. Le tableau III.8 donne l'exemple du fil du diamètre final égal à 1,56mm, pour illustrer cette diminution.

Tableau III.7Les principales propriétés mécaniques du fil tréfilé de Zn₉₀Sn₁₀ de diamètrefinal égal à 1,56mm.

$D_f = 1,56mm (R = 73,83\%)$						
	Avant recuit	Recuit à100°C	Recuit à 200°C [*]			
R _{e0,004} (MPa)	279,22	61,77	≈ 66			
R _m (MPa)	356,62	68,05	≈ 75			
R _r (MPa)	323,39	60,35	≈ 83			

^{*}Les valeurs ont été déduites des courbes de la figure III.12.

La figure III.13 montre la variation de la résistivité électrique ρ de 90%Zn10%Sn en fonction du taux de réduction R, pour les trois états étudiés. On constate que la relation entre ρ et R est linéaire et les trois droites ont la même pente positive. Ceci peut être expliqué par le fait que notre alliage est pur. Evidemment, la valeur de ρ diminue avec l'augmentation de la température de recuit. Elle est comprise entre 6 et 9 Ω .m.10⁻⁸.

III.3. Comparaison entre 90%Zn10%Sn et 63%Cu37%Zn

Nous avons pris les résultats des propriétés mécaniques et de résistivité électrique du fil de 90%Zn10%Sn de diamètre le plus faible obtenu dans cette étude ($D_f = 0,96$), avant et après recuit à 200°C pendant 1 heure, pour les comparer à celles du fil de 63%Cu37%Zn utilisé à la BCR.

Le tableau III.8 résume les résultats de cette comparaison.

Tableau III.8	Comparaison des propriétés mécaniques et ρ de 90%Zn10%Sn avec celles de
	63%Cu37%Zn.

	90%Z	63%Cu37%Zn	
	$(D_{\rm f} = 0.96 {\rm mm})$		
	Avant recuit Apres recuit		
		(200°C, 1h)	
ρ (Ω.m) x10 ⁻⁸	9,434	9,046	7,360
Dureté Hv ₂₀₀	39,87	35,53	55
A (%)	1,44	8,41	1,31
R _{e0,004} (MPa)	279,22	167,25	380
R _m (MPa)	356,62	230,84	460
R _r (MPa)	323,39	224,70	454,06

En première de vue, on peut dire que 90%Zn10%Sn a presque les mêmes propriétés mécaniques et électriques (ρ seulement) que 63%Cu37%Zn. Mais il reste à confirmer le diamètre et surtout l'état métallurgique (écroui ou recuit) de 63%Cu37%Zn utilisé à la BCR.

CONCLUSION GENERALE

L'objectif de ce travail est d'étudier la structure, les propriétés mécaniques et la résistivité électrique du fil tréfilé de l'alliage 90%Zn10%Sn à l'état brut et à l'état traité, afin de substituer l'alliage 63%Cu37%Zn, utilisé comme fil de coupe dans la machine d'électroérosion de BCR.

Nous avons élaboré par la méthode de fonderie l'alliage 90%Zn10%Sn. La déformation à froid par tréfilage a nécessité des traitements de recuit à chaque fois qu'on change la passe de tréfilage.

Les principaux résultats sont les suivants :

- ✓ On utilisé 19 passes de tréfilage, pour obtenir un diamètre final de fil égal à 0,96mm à partir d'un diamètre initial égal à 6mm.
- ✓ Les microstructures obtenus montrent que notre alliage est biphasé (la matrice est de Zn pur et l'eutectique 90%Zn10%Sn se précipite dans les joints de grains).
- ✓ Le recuit à 200°C a permis d'éliminer complètement la direction privilégiée de tréfilage.
- ✓ La valeur de la micro-dureté Hv_{200} de notre alliage (D_f = 0,96mm) est de l'ordre de 40 à l'état brut et 37 à l'état recuit à 200°C.
- ✓ Les principales valeurs des propriétés mécaniques de notre alliage ($D_f = 0.96$ mm) à l'état brut et à l'état recuit à 200°C sont résumées dans le tableau suivant.

	$Zn_{90}Sn_{10}$ (D _f = 0,96mm)			
	Avant recuit	Apres recuit (200°C, 1h)		
A (%)	1,44	8,41		
R _{e0,004} (MPa)	279,22	167,25		
R _m (MPa)	356,62	230,84		
R _r (MPa)	323,39	224,70		

✓ La résistivité électrique de notre alliage ($D_f = 0.96$ mm) à l'état brut et à l'état recuit à 200°C est de l'ordre respectivement, de 9,434 et 9,046 Ω.m.10⁻⁸.

Enfin, à la première lecture de nos résultats, il semblerait que notre alliage peut remplacer le 63%Cu37%Zn. Néanmoins des essais sur site sont nécessaires pour confirmer ou infirmer ce résultat.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1]. Paul PASCAL « nouveau traité de chimie minérale ». Masson et Cie, éditeurs , paris

[2]. André DELWASSE. « Propriétés des alliages - Étain et alliages d'étain ». Technique de l'ingénieur, réf m520, 10 Avril 1983.

[3].Michel COLOMBIE. « Matériaux Métalliques ». © Dunod, Paris, 2008.

[4]. Jean Michel HAU. « Métallurgie du zinc ». Technique de l'ingénieur.

Réf m2270, 10 Septembre 2010.

[5].Michel DUPEUX, « Aide-mémoire science des matériaux ». © Dunod, Paris, 2004.
[6].Noureddine CHIHANI « Etude des propriétés électriques de tréfilés en alliages du système (Sn Zn), en vue de remplacer l'alliage (Cu Zn37) », année 2012, ENP Alger.

[7].Jean-Charles.DELOMEL, « Conducteurs métalliques –Présentation générale ».Techniques de l'Ingénieur, réfd2610.

[8].Michel FALLOU . « Résistivité des métaux » . Techniques de l'Ingénieur, réf k710 .

[9]. WILLIAM D. Callister, Jr. « science et génie des matériaux ». © Modulo Editeur, 2001.233, av. Dunbar, bureau 300 Mont-Royal (québec).

[10].BOUDILMI Aissa. « Etude théorique et expérimentale des essais de dureté pour matériaux massifs et revêtus »Mémoire de Magister, Université M Boudiaf de M'sila.

[11]. Paul-Henri GALVIN. « Métallurgie du magnésium ». Technique de l'ingénieur Réf M 2350.

[12].M.D.HADID, « Evolution de la microstructure et des propriétés mécaniques et électriques lors d'un revenu après tréfilage d'un alliage d'aluminium », Mémoire de Magister, Année 2012, ENP.

[13]. Guy SIMONNET. « Tréfilage de l'acier ». Technique de l'ingénieur, réf M645,10 avril 1996.

[14].G.Béranger, G.Henry, G.Labbeet. P.Soulignac «Lesa ciers spéciaux». Lavoisier, Paris. 1997.

[15]. SCHEY, J. A. Tribology in metalworking: Friction, lubrication and wear. Ed American society for metals, 1983, pp. 736.

[16]. DUBAR, L., DUBOIS, A. and DUBAR, M. Friction and wear phenomena in cold metal forming: an integrated approach. Proceedings of ICTMP, 2004.

[17]. Jean-Charles DELOMEL. « Résistivité des métaux et alliages ». Technique del'ingénieur, réf K710v2, 10 avril 1996.

[18]. R. DEVELAY. "Traitements thermiques des alliages d'aluminium". Techniques de l'Ingénieur, M1290, (1986).
[19]. P. FABRÈGUE. "Métallurgie du laminage à chaud". Techniques de l'Ingénieur, M7860, (2000).

[20]. D, C. GRAR."Alimunium and itsalloys.Theirproperties thermal treatment". 12 ORANGE STREET LEICESTER SQUARE : CONSTABLE & COMPANYLTD.

[21] Y.QUERE, Y.ADDA, J.M. DUPOUY, J.PHILIBERT ."Eléments de métallurgie physique, tome 5 déformation plastique ". INSTN collection enseignement (1991).

[22]. A. KAHLOUCHE. "Influence des variables thermomécaniques sur la structure et les propriétés mécaniques d'un acier doux". Mémoire de PFE, ENP, Alger (2006).

ANNEXE -I-

Etat tréfilé (avant recuit)



ENP/METALLURGIE/2013

Apres recuit (100 °C 2h)



Apres recuit (200 °C 1h)



ANNEX-II-



-

PV D'ESSAIS

02.05.2013

Tableau de paramètres:

Matiere: alliage etain zinc br1 Lot : echantillon num 01

Résultats:

Series	Diamètre d0	S0	LO	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
1	2,56	5,144	200,00	1,48	87,66

Graphique de séries:



Series	Diamètre d0	S0	LO	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
x	2,56	5,144	200,00	1,48	87,66



PV D'ESSAIS

02.05.2013

Tableau de paramètres:

Matiere: alliage etain zinc br2 Lot : echantillon num 01

Résultats:



Graphique de séries:



Series	Diamètre d0	S 0	L0	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
x	2,26	4,009	200,00	1,77	152,58







Statistiques:

Series	Diamètre d0	S0	LO	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
x	1,76	2,432	200,00	0,82	80,21



PV D'ESSAIS

02.05.2013

Tableau de paramètres:

Matiere: alliage etain zinc br4 Lot : echantillon num 01

Résultats:

Seri	es	Diamètre d0	S 0	L0	Along-Rupt.	FR
n =	1	mm	mm2	mm	%	MPa
1		1,56	1,910	200,00	1,45	169,26

Graphique de séries:



Series	Diamètre d0	S 0	L0	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
×	1,56	1,910	200,00	1,45	169,26



PV D'ESSAIS 02.05.2013 Tableau de paramètres: Matiere: etain zinc br5 Lot : échantillon num 01 Résultats: Series Diamètre d0 **S**0 L0 Along-Rupt. FR n = 1 mm % MPa mm2 mm 200,00 1,12 1,16 209,54 1,056 Graphique de séries: 200



Statistiques:

Series	Diamètre d0	S 0	L0	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
x	1,16	1,056	200,00	1,12	209,54



PV D'ESSAIS

02.05.2013

Tableau de paramètres:

Matiere: alliage etain zinc br6 Lot : echantillon num 01

Résultats:

Series	Diamètre d0	S 0	L0	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
1	0,96	0,723	200,00	1,44	233,96

Graphique de séries:



Series	Diamètre d0	S0	L0	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
x	0,96	0,723	200,00	1,44	233,96



PV D'ESSAIS

06.05.2013

Tableau de paramètres: Matiere: etain zinc tr1-1

tr1-1 Lot : echantillon num 01

Résultats:

Series	Diamètre d0	S0	L0	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
1	2,56	5,144	200,00	1,31	147,52

Graphique de séries:



Statistiques:

Series	Diamètre d0	S 0	L0	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
x	2,56	5,144	200,00	1,31	147,52



PV D'ESSAIS

06.05.2013

Tableau de paramètres:

Matiere: etain zinc tr1-2

Lot : echantillon num 01

Résultats:

Serie	s Diamètre d0	S 0	L0	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
1	2,26	4,009	200,00	3,45	91,52

Graphique de séries:



Series	Diamètre d0	S 0	L0	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
x	2,26	4,009	200,00	3,45	91,52



PV D'ESSAIS

06.05.2013

Tableau de paramètres: Matiere: etain zinc tr 1-3

Lot : echantillon num 01

Résultats:

 Series	Diamètre d0	S 0	L0	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
1	1,96	3,016	200,00	3,17	100,07

Graphique de séries:



Series	Diamètre d0	S 0	L0	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
×	1,96	3,016	200,00	3,17	209,54



%

4,23

MPa

106,20

PV D'ESSAIS 06.05.2013 Tableau de paramètres: Matiere: etain zinc tr1-4 Lot : échantillon num 01 Résultats: Series | Diamètre d0 | S0 | L0 | Along-Rupt. | FR

mm2

2,432

mm 200,00

Graphique de séries:

n = 1



mm

1,76

Series	Diamètre d0	S 0	L0	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
x	1,76	2,432	200,00	4,23	106,20



PV D'ESSAIS 06.05.2013 Tableau de paramètres: Matiere: etain zinc tr1-5 Lot : échantillon num 01 Résultats: Series | Diamètre d0 **S**0 L0 Along-Rupt. FR n = 1 mm % MPa mm2 mm 1,56 1,910 200,00 2,55 115,30

Graphique de séries:



Series	Diamètre d0	S0	L0	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
x	1,56	1,910	200,00	2,55	115,30







80

Contrainte en MPa 8 8

20

0

0

2

4

Along. en %

Series	Diamètre d0	S 0	LO	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
x	0,96	0,723	200,00	3,83	93,68

6

10

8



PV D'ESSAIS

13.05.2013

Tableau de paramètres:

Matiere: etain zinc tr2-1

Lot : echantillon num 01

Résultats:

Seri	es	Diamètre d0	S 0	L0	Along-Rupt.	FR
n =	1	mm	mm2	mm	%	MPa
1		2,86	6,421	200,00	8,88	147,12

Graphique de séries:



Series	Diamètre d0	S 0	L0	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
х	2,86	6,421	200,00	8,88	147,12



PV D'ESSAIS

13.05.2013

Tableau de paramètres:

Matiere: etain zinc tr2-2

Lot : echantillon num 01

Résultats:

	Series	Diamètre d0	S0	L0	Along-Rupt.	FR
	n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
-	1	2,56	5,145	200,00	2,70	67,70

Graphique de séries:



Statistiques:

Series	Diamètre d0	S0	L0	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
x	2,56	5,145	200,00	2,70	67,70





Statistiques:

Series	Diamètre d0	S 0	L0	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
x	1,96	3,020	200,00	1,14	136,98



PV D'ESSAIS 13.05.2013 Tableau de paramètres: Matiere: etain zinc tr2-4 Lot : échantillon num 01 Résultats: Series | Diamètre d0 **S**0 L0 Along-Rupt. FR n = 1 mm % MPa mm2 mm 1,36 200,00 6,30 146,51 1,452 Graphique de séries:



Series	Diamètre d0	S 0	L0	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
х	1,36	1,452	200,00	6,30	146,51



PV D'ESSAIS 13.05.2013 Tableau de paramètres: Matiere: etain zinc tr2-5 Lot : echantillon num 01 Résultats: Series | Diamètre d0 **S**0 L0 Along-Rupt. FR n = 1 mm % MPa mm2 mm 200,00 6,04 1,16 1,130 89,39 Graphique de séries:



Statistiques:

Series	Diamètre d0	S 0	L0	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
x	1,16	1,130	200,00	6,04	89,39



PV D'ESSAIS 13.05.2013 Tableau de paramètres: Matiere: etain zinc tr2-6 Lot : echantillon num 01 Résultats: Series | Diamètre d0 **S**0 L0 Along-Rupt. FR n = 1 mm % MPa mm2 mm 0,96 200,00 8,41 0,723 162,56 1 Graphique de séries:



Series	Diamètre d0	S0	L0	Along-Rupt.	FR
n = 1	mm	mm2	mm	%	MPa
х	0,96	0,723	200,00	8,41	162,56