

Université des Sciences et de la Technologie  
Houari Boumediene

9/83

Ecole Nationale Polytechnique

1EX

Département Mines et Metallurgie

MEMOIRE DE  
FIN D'ETUDES

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE  
BIBLIOTHEQUE

INFLUENCE D'ADDITIONS SPECIFIQUES DES  
ELEMENTS Cu, Sb, Sn, Cd, SUR LE COMPORTEMENT  
MECANIQUE DU PLOMB DESTINE AU GAINAGE  
DES CABLES ELECTRIQUES

Sujet proposé par:

M<sup>r</sup> ZMUDA

en accord avec:

M<sup>r</sup> LARIANE (Enicable)

Etudié par:

SALHI SALAH

Promotion Juin 1983



A la mémoire de mon père martyr de la révolution,  
A ma mère qui a pris soin de moi  
A mes frères et soeurs,  
A mes amis.

R E M E R C I E M E N T S  
oooooooooooooooooooooooooooo

Il m'est agréable de présenter ce travail en exprimant ma profonde gratitude aux personnes qui y ont contribué .

Mes remerciements vont essentiellement à :

- > M SALHI : chef de département mines et métallurgie
- M ZMUDA : mon professeur et promoteur
- M SCHMITT : mon professeur qui est à l'origine du  
sujet et pour ses précieux conseils

Ainsi qu'à tous les enseignants du département mines et métallurgie pour toutes leurs communications d'un grand intérêt qui ont fait la valeur de cet enseignement .

Mes remerciements vont également à l'ensemble du personnel des laboratoires de SONACOME de ROUIBA, de l'ENICABLE du Gué de Constantine, de la logistique de Beni MERAD (B.C.L) et au personnel du département mines et métallurgie

A tous les amis qui ont apporté leur concours aussi modeste qu'il soit .

# T A B L E D E S M A T I E R E S

INTRODUCTION.....	I
Chapitre I	
Généralités sur le plomb et son extrusion.....	3
I Généralités.....	4
I-1 Propriétés physiques du Pbpur.....	4
I-2 Propriétés Mécaniques.....	4
I-3 Résistance à la corrosion.....	4
I-4 Toxicité.....	5
2 Extrusion du Plomb à l'ENICABLE du Gué de Constantine.....	6
2-1 Définition.....	6
2-2 Description et Fonctionnement.....	6
2-2-1 Presse 2000 T.....	6
2-2-1-1 Fusion.....	6
2-2-1-2 Extrusion.....	6
2-2-2 Boudineuse.....	7
2-2-2-1 Fusion.....	7
2-2-2-2 Extrusion.....	9
3 Principaux alliages utilisés pour la fabrication des gaines.....	10
Chapitre II	
Déformation Plastique du Plomb.....	II
I Les déformations.....	I2

I-2 Déformations élastique, anélastique, plastique.....	I3
I-2-1 Déformation élastique.....	I3
I-2-2 Déformation anélastique.....	I3
I-2-3 Déformation plastique.....	I3
2 Déformation plastique du plomb.....	I3
2-I Mécanisme de déformation.....	I3
2-I-1 Glissement des dislocations.....	I4
2-I-2 Système de glissement.....	I6
3 Forme des courbes des polycristaux du plomb.....	I7
3-1 Type de courbe de consolidation.....	I7
3-2 Influence de la température.....	I7
3-3 Influence de la taille du grain.....	I9
3-4 Influence de la vitesse de déformation.....	21
3-5 Influence des éléments d'additions sur l'essai de traction.....	21
Chapitre III	
Processus métallurgiques conduisant au durcissement du plomb.....	
I-Formation de solutions solides de substitution.....	24
2-Durcissement structural (Vieillissement).....	25
3-Précipitation.....	28
Chapitre IV	
Méthodes expérimentales.....	
I-Elaboration des alliages et leurs analyses.....	30
I-1 Elaboration des alliages.....	30
I-2 Analyse chimique des alliages.....	30
2-Préparation des éprouvettes de traction.....	31
3-Préparation des échantillons de Micrographie.....	31

3-Préparation des échantillons de Micrographie.....	31
3-1 Enrobage.....	31
3-2 Polissage.....	31
3-1 Attaques.....	33
3-3-1 Réactif à l'acide Chlorhydrique.....	33
3-3-2 Réactif à l'acide Acétique.....	33
3-3-3 Réactif à l'acide Acétique.....	
et à l'acide Nitrique.....	33
3-3-3-1 Polissage préliminaire.....	33
3-3-3-2 Préparation de la surface.....	34
3-3-3-3 Attaque.....	34
4 Essai de Traction.....	34
5 Essai de dureté.....	35
5-1 Methode Brinell.....	35
5-2 Methode VICKERS.....	37
6 Densimètre.....	37
7 Diffraction. X.....	38
8 Microscopie Optique.....	38

## Chapitre V

Résultats et leurs interprétations.....	39
1 Elaboration des alliages et leurs analyses.....	40
2 Essai de Traction.....	42
3 Essai de dureté.....	50
4 Micrographie.....	52
Résultats complémentaires.....	55
1 Analyse Cristallographique.....	56
2 Densimétrie.....	58
Conclusion.....	59

## I N T R O D U C T I O N

oooooooooooooooooooooooooooo

Le plomb (Pb) dans la gaine a comme fonction principale d'empêcher la corrosion sous toutes ses formes et la transmission de l'humidité.

Il constitue ainsi une barrière efficace protégeant les faisceaux conducteurs.

Le plomb et les alliages de plomb donnent l'armure la plus sûre pour cette protection en raison de:

- sa haute résistance à la corrosion
- son imperméabilité totale
- sa souplesse facilitant ainsi les opérations de pose
- sa longévité

En revanche le plomb pur ne répond pas au critère de la résistance mécanique : traction, dureté, pression, fluage, fatigue, vibrations etc.....

D'où nous sommes amenés à modifier la composition du plomb afin d'améliorer ses propriétés mécaniques en le dosant avec de faibles teneurs de cuivre, tellure, antimoine, cadmium, étain.

L'ENICABLE (SONELEC) du Gué-de-Constantine -Kouba- est à l'origine de cette étude.

L'étude porte sur l'influence des éléments d'additions, cités au préalable, améliorant extrêmement la limite élastique et augmentant la résistance à la rupture ainsi que le durcissement.

Afin de donner un aperçu sur les caractéristiques physiques du plomb et sur la fabrication des gaines de câbles en plomb, nous consacrons la première partie aux généralités du plomb et à l'extrusion du plomb de la câblerie du Gué-de-Constantine.

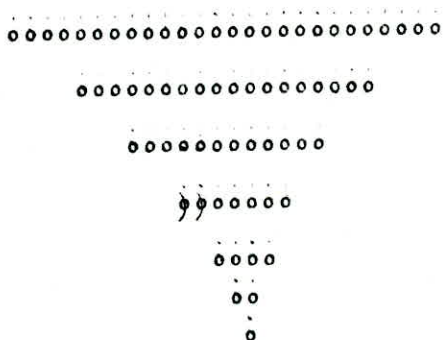


Dans le chapitre II nous définissons les déformations du plomb et la théorie relative à la plasticité du plomb.

Nous abordons ensuite dans le chapitre III les phénomènes métallurgiques conduisant au durcissement du plomb.

Les méthodes expérimentales sont exposées dans le chapitre IV

Enfin le chapitre V est consacré aux résultats ainsi que leur interprétation.



CHAPITRE I

GENERALITES SUR LE PLOMB

ET SON EXTRUSION

I - Généralités :

I-I Propriétés physiques du Pb pur :

Le plomb a un aspect gris bleuté, sa structure cristalline est cubique à faces centrées de paramètre de maille  $a = 4,939 \text{ \AA}$

Nombre atomique	Masse atomique	Température de fusion	Température d'ébullition	Chaleur latente	Résistivité à 20°C
82	207,2	327,42°C	1740+10°C à 760mm Hg	5,47Cal/g	20,65 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$

Température	20°C	Solide 327,4°C	Liquide 327,4°C
Masse volumique g/cm <sup>3</sup>	11,35	11,005	10,686

I - 2 Propriétés Mécaniques :

Charge à la rupture à 20°C	14,7 N/mm <sup>2</sup>
limite élastique (environ)	1,96 N/mm <sup>2</sup>
allongement à la rupture	35 à 45 %
module d'élasticité	16700 N/mm <sup>2</sup>
dureté Brinell	4HB 10, 100

I-3 Résistance à la corrosion:

Le plomb présente une résistance remarquable à la corrosion. Dans de nombreux cas les produits de corrosion forment à la surface du métal une couche imperméable et adhérent qui ralentit ou arrête l'action agressive du milieu environnant.

Le plomb résiste : aux acides : sulfurique, phosphorique,  
chromique.

Le plomb ne résiste pas : A l'acide Nitrique, aux hydracides,  
Acides organiques ainsi que les bases.

Le plomb est insensible à la corrosion atmosphérique grâce à la  
formation d'une pellicule protectrice d'oxyde  $PbO_2$  d'hydrate  
et de Carbonate de plomb.

I - 4 T O X I C I T E :

Elle dépend de la concentration,  
et surtout de la solubilité du produit qui conditionne la  
pénétration dans le sang. Le plomb est toxique, pénétrant par voie  
orale ou respiratoire. Il s'y accumule et ne s'élimine que len-  
tement déterminant une intoxication aiguë ou chronique. Celle-ci  
est connue sous le nom de " SATURNISME " Se manifeste par une  
altération de l'état général puis par troubles divers ( anémie,  
urémie , névrite)

Les composés toxiques :  $PbO$  ( Litharge )

$PbO_2$  (Oxyde puce )

$Pb_3O_4$  (Minium )

I- 2 Extrusion du Plomb à l'ENICABLE du Gué de Constantine :

2 - I Définition de l'Extrusion : L'extrusion consiste à forcer des matériaux à travers des orifices soigneusement calibrés (filière). On obtient un produit extrudé continu qui a pour section les dimensions de l'orifice.

L'ENICABLE du Gué de Constantine (KOUBA) utilise le plomb pur 99,99 pour le Gainage des câbles électriques de haute, moyenne et basse tension.

La câblerie dispose de deux types de machines pour l'enrobage en plomb des fils électriques.

- Presse hydraulique de Gainage 2000T " SUMUA "
- Boudineuse HANSSON-ROBERTSON (Extrudeuse) type 4

2 -2 Description et Fonctionnement :

2-2-I Presse à 2000T : (Fig I)

La presse SUMUA a été adoptée tout spécialement au filage des gaines de Plomb en alliage dur.

2-2-I-I Fusion : Le plomb de 1er fusion de pureté 99,99% est introduit sous forme de Lingots de 45 Kg dans un four ayant une capacité de 4500 Kg soit 100 lingots. Le four est préchauffé jusqu'à 400°C grâce à deux brûleurs de mazout disposés convenablement. Le niveau du four est supérieur à celui du conteneur. Après 3 H la fusion a lieu et au moyen d'une goulotte mobile, on déverse le plomb liquide dans le conteneur. Le four est en acier moulé. Aussitôt que le conteneur soit rempli on dégrasse la surface en contact avec l'atmosphère de ce dernier.

2-2-I-2 EXTRUSION: Puis la descente du piston vient reposer avec une faible pression (100 Kg/Cm<sup>2</sup>) d'extrusion sur le plomb en cours de refroidissement, la température du conteneur étant de 250°C + 280°C, jusqu'à ce qu'on puisse produire la pression.

Le conteneur est raccordé à trois circuits d'eau de refroidissement. Le bloc inférieur où s'effectue l'extrusion est chauffé à 200°C. Le plomb arrive à haute pression dans l'outillage d'extrusion où il se sépare pour pouvoir entourer le poinçon et former ensuite un tuyau homogène.

L'outillage est composé essentiellement d'un obus et d'une filière existants sous divers diamètres et épaisseurs.

L'épaisseur de l'enveloppe de plomb est fixée en fonction du diamètre extérieur avant la mise sous plomb par le tableau ci-dessous

Diamètre extérieur du câble avant la mise sous Pb (mm)	Épaisseur de l'enveloppe de Pb (mm)
44 < d < 48	2,4
48 < d < 52	2,5

A la sortie, le plomb est repoussé vers l'extérieur grâce à la haute pression exercée par la presse. Ainsi le câble imprégné de papier est entraîné à l'intérieur de l'enveloppe de plomb. Puis le câble gainé est trempé dans un bac d'eau au fur et à mesure qu'il est embobiné sur le touret

2-2-2 BOUDINEUSE (EXTRUDEUSE) (fig:2)

L'extrudeuse à plomb continue HANSSON-ROBERTSON type 4 est une enrobeuse récente. Les principales opérations qu'elle effectue sont : fusion, pression, enrobage du fil électrique particulièrement isolé au caoutchouc.

2-2-2-I FUSION: Les fours de fusion de plomb peuvent contenir chacun 10 Tonnes de plomb. Leurs températures sont contrôlées

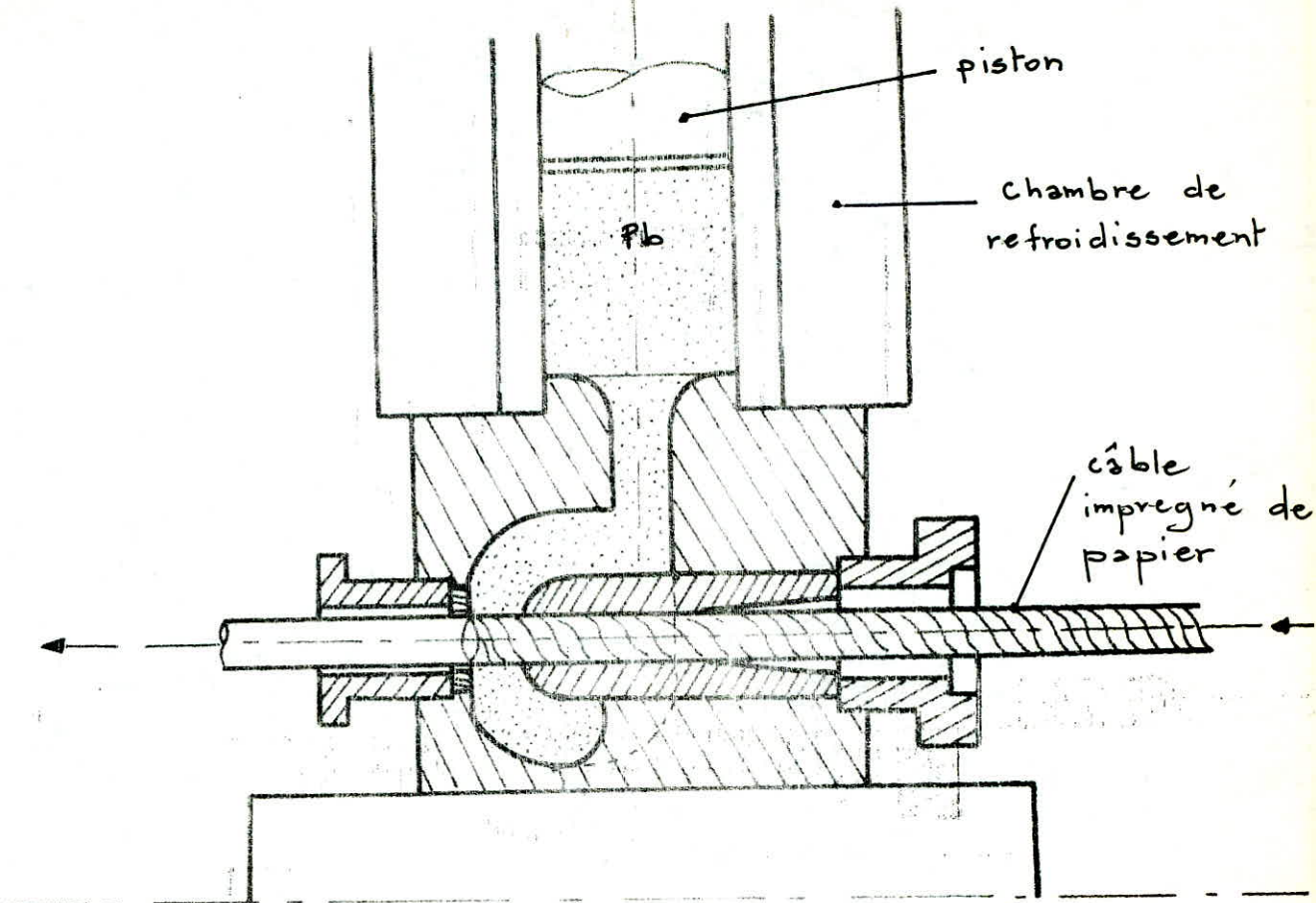


Fig:1 Presse

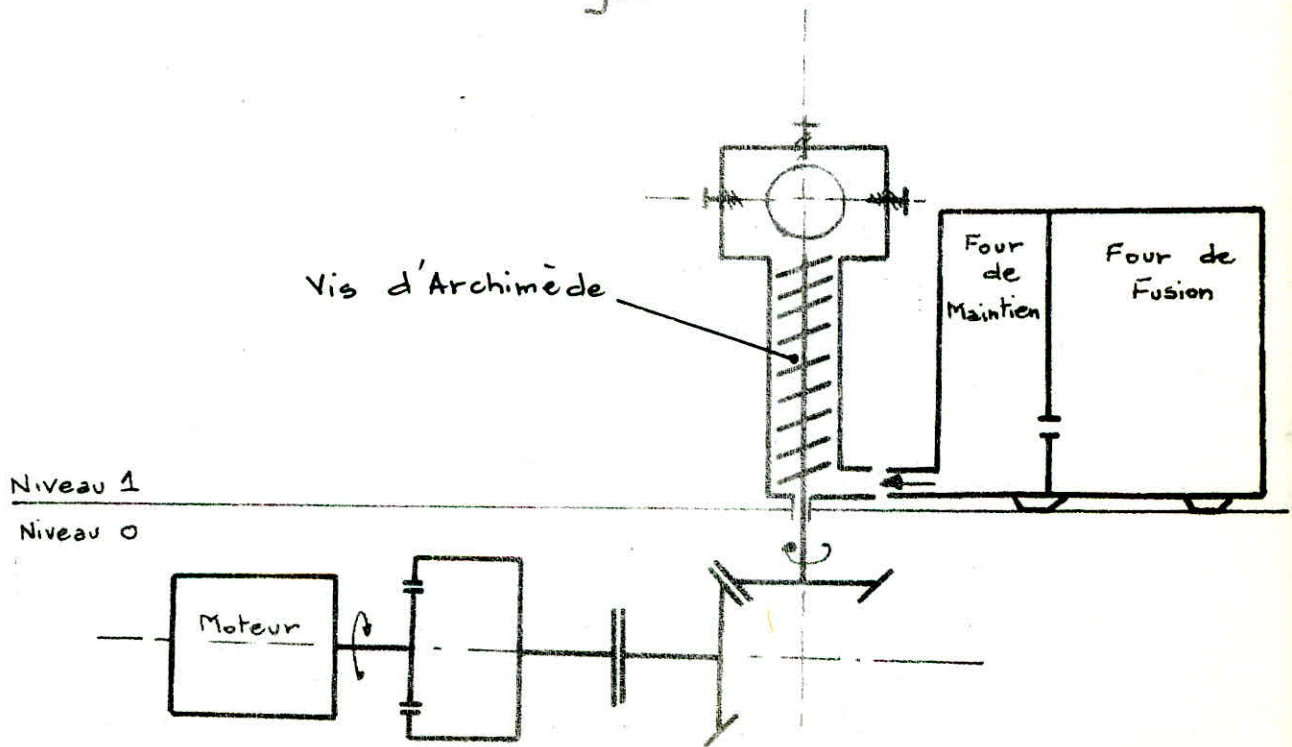


Fig:2 BOUDINEUSE

par des thermocouples. Le temps de fusion est approximativement de 4 H. Les lingots de plomb sont chargés dans la zone de fusion du four de 10 Tonnes, équipé d'un chauffage électrique. Le métal fondu coule ensuite dans la zone de maintien à travers un orifice aménagé à 200 mm environ du sol. Une vanne aménagée dans le fond de la zone de maintien conduit dans le tube d'admission pourvu d'un chauffage électrique et ensuite vers le cylindre d'extrusion.

#### 2-2-2-2 EXTRUSION:

Au moyen d'une vis verticale largement dimensionnée, le plomb est extrudé en montant à travers la tête d'extrudeuse. Le cylindre de la vis est refroidi à l'eau. Il s'y établit progressivement une pression de l'ordre de 2000 Kg avant que le plomb parvienne enfin dans la tête d'extrudeuse. Le cylindre est équipé d'un chauffage électrique.

L'entraînement de l'extrudeuse est assuré par un moteur à vitesse variable, le moteur à collecteur est relié au réducteur par l'intermédiaire d'un embrayage. Le réducteur, qui relie le moteur à la vis, est monté au sous sol.

La tête de l'extrudeuse partie principale où le câble passe dans le sens horizontal par son centre comme dans une presse à plomb; La tête d'extrudeuse est chauffée avec des éléments thermiques qui sont répartis en deux zones. Un dispositif hydraulique pour le réglage de l'épaisseur est monté sur la tête d'extrudeuse.

Au moyen de 4 vis de centrage on peut retoucher la centricité de la gaine de plomb. Dès que le tube de plomb est formé, il se trouve approvisionné en eau de refroidissement.



I-3 Principaux alliages utilisés pour la fabrication des Gainés de Pb -10-

Les alliages utilisables dans les câbles doivent posséder des propriétés assurant un compromis entre différentes propriétés :

- Résistance au fluage
- Résistance aux vibrations
- Résistance aux contraintes lentes
- Stabilité des propriétés mécaniques dans le temps et

de la structure du métal.

- Facilité d'extrusion
- Raideur

HISCOCK [4] nous a réuni les principaux alliages utilisés dans différents pays.

P A Y S	DESIGNATION DE L'ALLIAGE	COMPOSITION (MÉTAUX ALLIÉS %Poids)	REMARQUES
FRANCE P.T	Pb-Antimoine	Sb 0,6 à 0,8%	Cu 0,06%
U.S.A	F 3	Sn 0,08 ÷ 0,15 - As 0,1 ÷ 0,2 Bi 0,05 à 0,15	Teneur en Cu 0,001
	GENCALLOY A  ALLIAGE AU	Sn 0,09 ÷ 0,13 - As 0,1 ÷ 0,17 Cu 0,04 ÷ 0,06  Sn 0,13 ÷ 0,14 - As 0,13 à 0,2 Bi 0,06 ÷ 0,08 - Te 0,07 ÷ 0,1	Teneur en Bi et Sb aussi faible que possible
ANGLETERRE (Suivant BS 801)	ALLIAGE B	Sb 0,8 ÷ 0,95	Sn 0,01 - Cu 0,06
	ALLIAGE C	Sn 0,35 ÷ 0,45 - Cd 0,12 ÷ 0,18	
	ALLIAGE D	Sb 0,45 à 0,55 - Cd 0,2 ÷ 0,3	Sn 0,01 - Cu 0,06
	ALLIAGE E	Sb 0,15 ÷ 0,25 - Sn 0,35 ÷ 0,45	Cu 0,06
ALLEMAGNE (DIN I7-640)	Kb Pb (Sb)	Sb 0,10 ÷ 0,15	Cu 0,03 ÷ 0,05
	Kb Pb Sb 0,5	Sb 0,5 ÷ 1,0	Cu 0,03 ÷ 0,05
	Kb Pb Sn 2,5	Sn 2,5	Cu 0,03 ÷ 0,05
	Kb Pb Te 0,4	Te 0,035	Sn : 0,005

CHAPITRE II

DEFORMATION PLASTIQUE DU PLOMB

L'étude des propriétés mécaniques des métaux est essentiellement celle de leurs propriétés plastiques. Notre étude a pour but la mise au point d'alliages à Résistance mécanique de plus en plus élevée.

L'essai de Traction nous permettra de faire une étude détaillée des propriétés mécaniques de base et dont l'interprétation est simple.

### II-I Les déformations :

Lorsqu'un Solide est soumis à un système de contraintes extérieures, il répond à cette sollicitation en se déplaçant ou en se déformant.

Si on considère 2 points P et Q voisins (Fig), d'un solide continu initialement non déformé; soient  $X_i$  et  $X_i + dX_i$  ( $i=1,2,3$ ) leurs coordonnées dans un système de coordonnées rectilignes orthogonales, le carré de la distance des points P, q est donnée par  $ds^2 = \sum (dx)^2$

Après sollicitation, les points P et Q viennent respectivement en P' et Q' de coordonnées  $X_i$  et  $X_i + dX_i$ , le carré de la distance des points P', Q' est donnée par  $dS^2 = \sum (dX_i)^2$

Donc il y a déformation si  $dS^2 \neq ds^2$



## I-2 Déformation Elastique, anélastique, plastique :

### I.2.1 Déformation ELASTIQUE :

Il n'y a pas de dissipation d'énergie pendant le processus de déformation, c'est à dire que toute l'énergie dépensée a été emmagasinée dans le solide et est intégralement restituée si on supprime la contrainte

### I.2.2 Déformation anélastique :

S'il y a dissipation d'énergie pendant le processus de déformation, la déformation est dite anélastique : la déformation dépend du temps la réponse est en retard sur la sollicitation.

### I.2.3 Déformation plastique :

Dans ce cas la densité d'énergie emmagasinée n'est pas une fonction d'état et dépend du chemin parcouru lors de la déformation : On ne revient pas à l'état initial au bout d'un Cycle c'est à dire  $dS^2 \neq ds^2$

Comme nous l'avons souligné au début du paragraphe, nous allons nous intéresser aux déformations plastiques

## II-2 Déformation Plastique du Plomb :

La déformation Plastique du Plomb présente les même caractéristiques que celle des autres métaux cubiques à faces centrées.

### 2.1 Mécanisme de déformation Plastique:

Il est établi que la déformation plastique des cristaux métalliques est produite par le déplacement, sous l'action des contraintes, des dislocations qui contiennent ces cristaux. Le Mécanisme de base est le glissement.

Les dislocations commencent à se déplacer lorsqu'une contrainte de cisaillement suffisante s'exerce sur le plan de glissement.

Pour se déplacer, elles doivent en effet vaincre un certain nombre de Résistances ne servaient ce que les forces du Réseau.

La contrainte appliquée fournit l'énergie nécessaire.

La limite d'élasticité vraie d'un polycristal correspond alors au déplacement dans un grain de la première dislocation. En pratique une telle limite est inaccessible à la mesure, car la déformation produite par le déplacement d'une seule dislocation est extrêmement faible. Lorsque la déformation devient décelable, c'est à dire, à la limite macroscopique, un grand nombre de dislocation ont déjà bougé.

Dans un Cristal contenant N dislocations/unité de surface se déplaçant à la vitesse moyenne V , la vitesse de cisaillement est :

$$\dot{\gamma} = \phi . N . b . V$$

b : Vecteur de Burgers à la surface considérée

$\phi$  : Facteur d'orientation

Dans un polycristal on admet une relation analogue relie la vitesse de déformation au comportement moyen de dislocations

$$\dot{\epsilon} = \phi . f . b . V$$

f : densité des dislocations mobiles

V: Vitesse " " "

### 2-I-I Glissement des dislocations : ( Fig 3 )

En appliquant une contrainte sur notre métal, la dislocation se déplace, un tel déplacement n'exige que la rupture des liaisons du voisinage du cœur de la dislocation et est effectué sans transport de matière. Il est dit conservatif et caractérise le glissement des dislocations.

En général la surface de glissement d'une dislocation est la surface cylindrique qui s'appuie sur la ligne de dislocation et dont les génératrices sont parallèles au Vecteur de Burgers. Le glissement

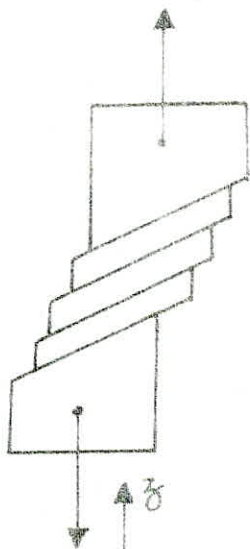
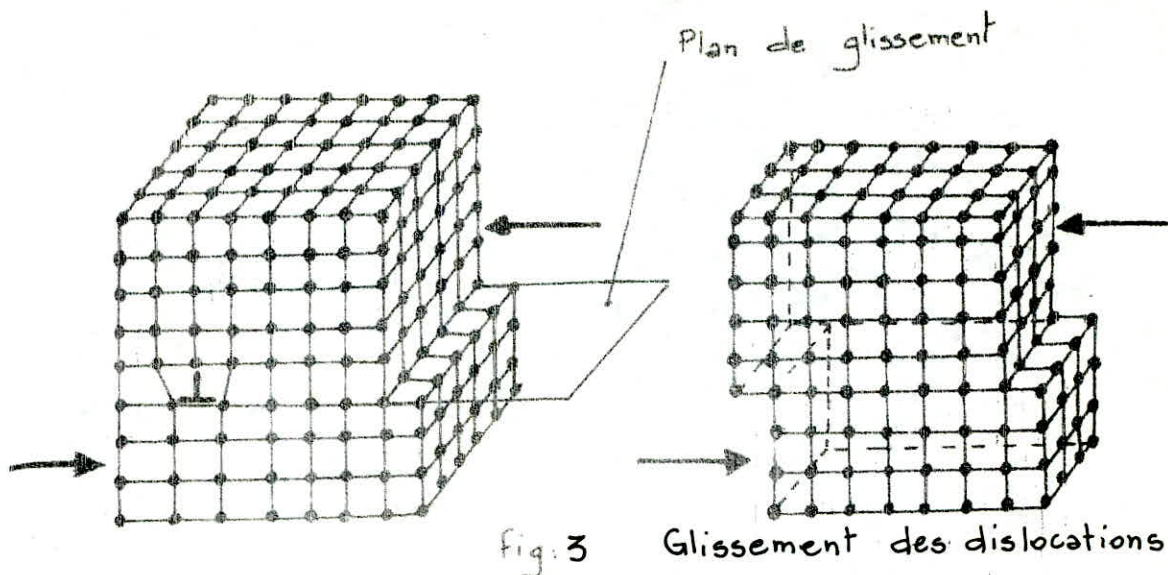


fig: 4 Glissement en traction

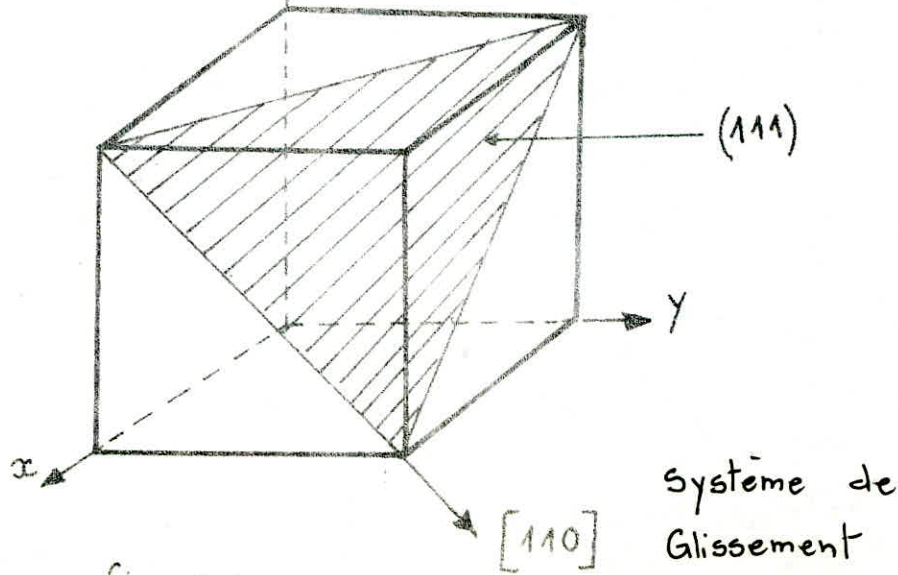


fig: 5

d'une dislocation coin et vis contribuent à la déformation plastique de l'échantillon cristallin.

2-I-2 Système de Glissement : (Fig 5)

Il est caractérisé par une direction et un plan. Ces éléments peuvent être déterminés à partir de l'observation des lignes de glissement dans les monocristaux d'orientation connue. La direction de glissement est toujours celle qui comporte la plus grande densité d'atomes.

Le plomb est un métal cubique à faces centrées on observe surtout le glissement selon la direction  $\langle 110 \rangle$  dans le plan le plus dense (111) (Voir R.X)

### II- 3 Forme des courbes de Traction des polycristaux ; de Pb

Au delà de la limite d'élasticité, les éprouvettes de Traction se déforment de manière homogène, à volume constant, l'augmentation de la contrainte avec l'allongement traduisant le durcissement par écrouissage du métal.

Le plomb est un métal à faible limite élastique, la courbe de traction  $\delta = \frac{F}{S_0} = f\left(\frac{\Delta L}{L_0}\right)$  caractéristique est représenté sur la (Fig 8 )

#### 3-I Type de courbe de Consolidation $\gamma(\delta)$ (Fig 6 )

La courbe de consolidation d'un monocristal orienté dont un seul système de glissement est possible présente 3 domaines.

Le glissement est d'abord facile (I), il est suivi d'un stade de consolidation linéaire (II) puis d'un stade (III) parabolique ou à durcissement décroissant .

Je rappelle que :

$$\gamma = \frac{F \cdot \cos \lambda_0 \cdot \sin \chi_0}{S_0}$$

où  $\cos \lambda_0 \cdot \sin \chi_0$  est le facteur de Schmid

#### 3-2 Influence de la Temperature :

Dans les métaux Cubiques à faces centrées, la limite d'élasticité des polycristaux et la cission critique des monocristaux décroissent de façon linéaire lorsque la température croît, puis au dessus d'une certaine température  $T_c$  ont tendance à rester constantes. Dans les polycristaux la limite élastique diminue de nouveau aux températures élevées.



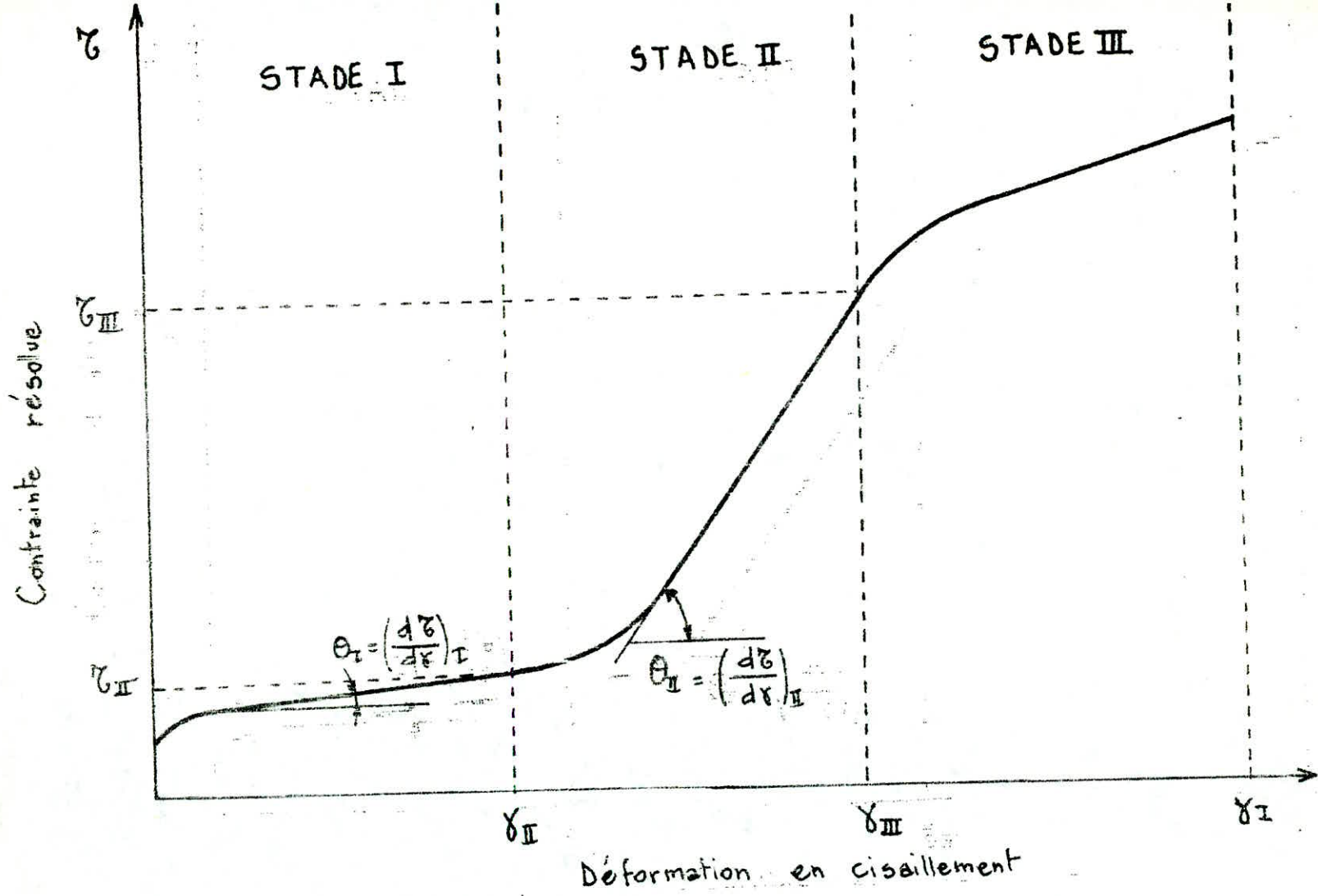


fig: 6  
 Type de courbe de consolidation

Le tableau suivant résume l'influence de la température sur l'essai de traction du plomb

TEMPERATURE (°C)	20	82	150	195	265
CHARGE A LA RUPTURE (Kg/mm <sup>2</sup> )	1,35	0,80	0,50	0,40	0,20
ALLONGEMENT (%)	31	24	33	20	20

### 3-3 INFLUENCE DE LA TAILLE DE GRAIN :

La limite d'élasticité vraie ne dépend pas de la grosseur de grains, mais la limite conventionnelle la fait intervenir: blocage des sources par suite de l'empilement des dislocations sur les joints, influence des grains en contact avec la surface.

HALL et PETCH ont établi la relation suivante :

$$\delta = \delta_0 + K_y d^{-\frac{1}{2}}$$

$\delta$  : Limite élastique pour un grain de diamètre moyen  $d$

$\delta_0$  : Contrainte appelé force de frottement

$K_y$  : Constante

Généralisée, elle nous permet d'estimer et de comparer la limite élastique inférieure des différentes structures de nos alliages. GARRE et MULLER ont établi la courbe de la taille des grains de plomb en fonction de la charge à la rupture ( FIG 7 ). Elle confirme la loi de HALL et PETCH applicable au plomb et ses alliages.

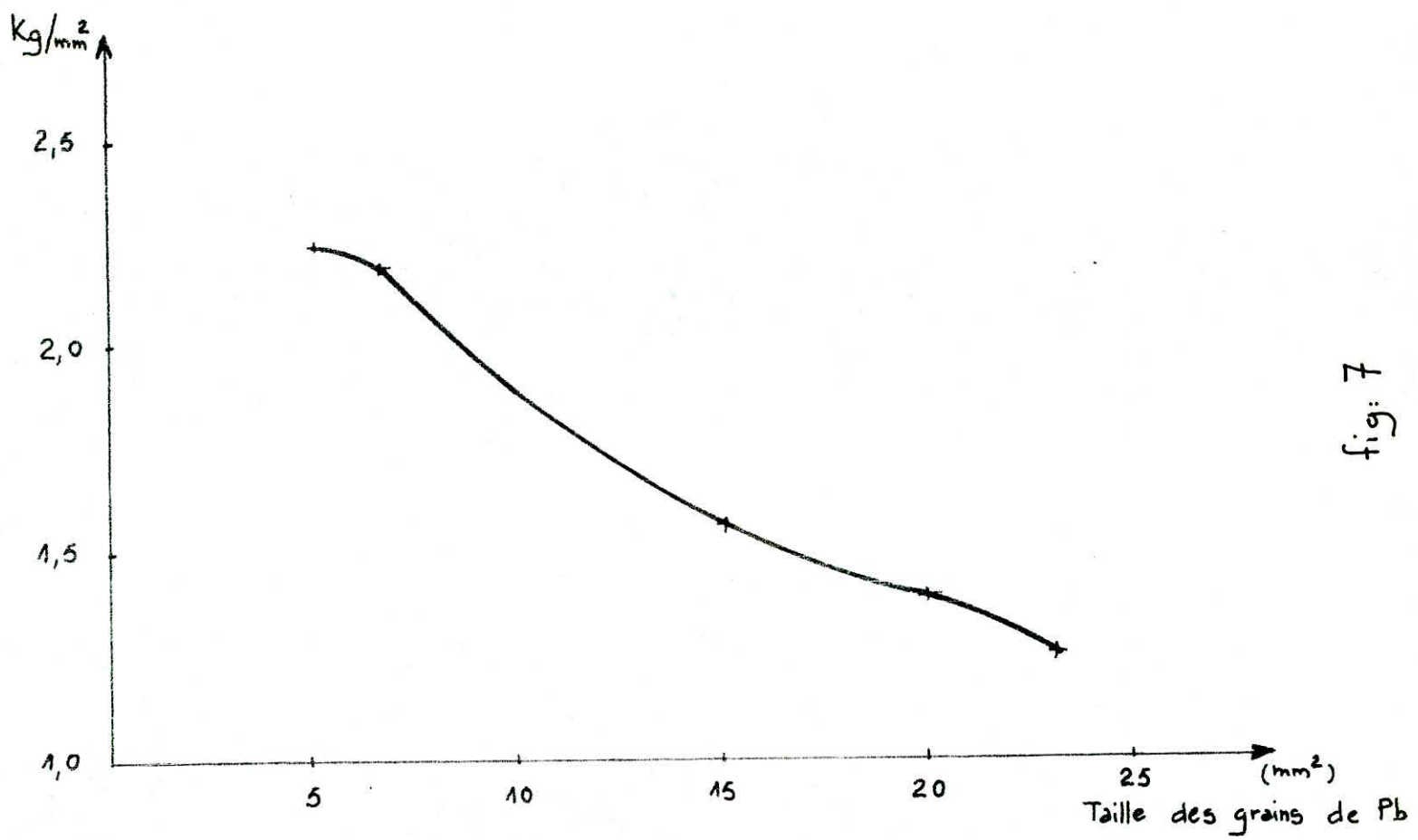


fig: 7

fig:

### 3-4 INFLUENCE DE LA VITESSE DE DEFORMATION:

La vitesse de déformation affecte l'allure de la courbe contrainte-déformation ( FIG 9 ) d'autant plus que la température est plus élevée .

Pour les vitesses utilisées couramment HOLLOMON a trouvé une loi du type :

$$\sigma = C \dot{\epsilon}^n \quad \text{où } C \text{ et } n \text{ sont des constantes}$$

Donnant la valeur de la contrainte nécessaire pour obtenir une déformation donnée à une température donnée en fonction de la vitesse de déformation .

### 3-5 INFLUENCE DES ELEMENTS D'ADDITIONS SUR L'ESSAI DE TRACTION:

Le but essentiel des éléments d'additions est l'augmentation de la limite d'élasticité du plomb. Le Cu , Cd , Sb , Sn et Te empêchent la recristallisation du plomb qui se produit à la température ambiante . Par conséquent le durcissement par écrouissage est inopérant.

La recristallisation supprime pratiquement l'écrouissage du plomb. Non seulement le Pb ne s'écrouit pas , mais en outre on observe réduction de la charge à la rupture et surtout de la limite élastique .

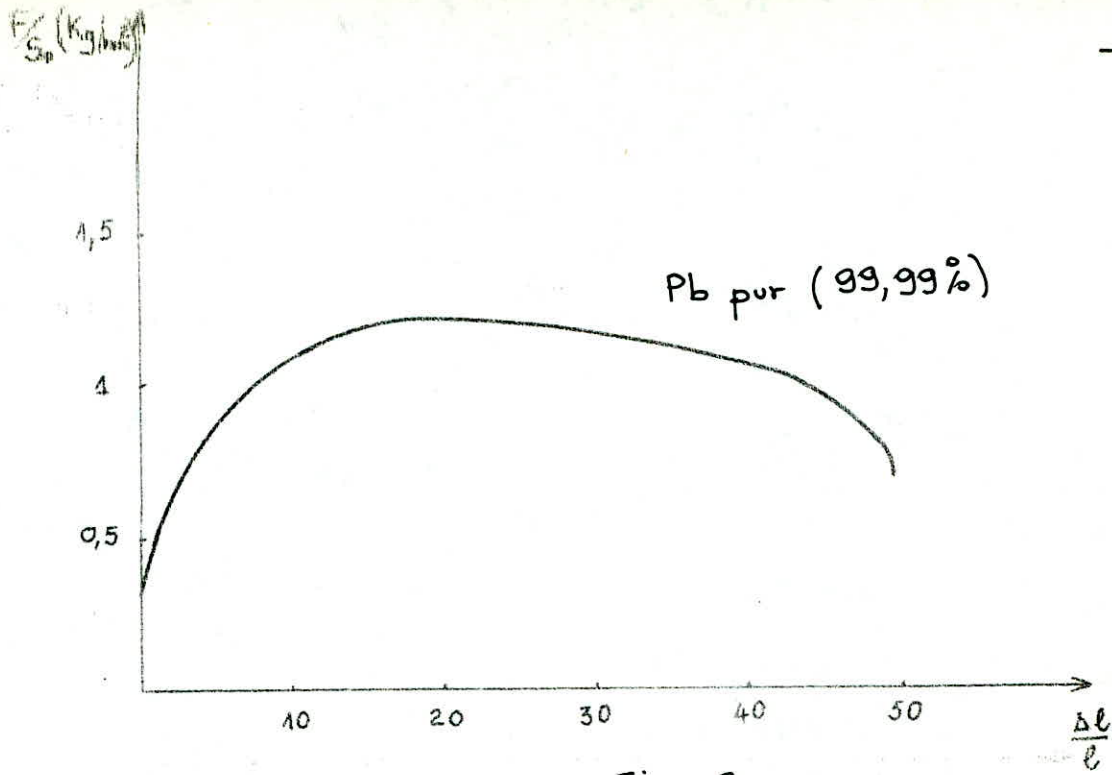


Fig: 8

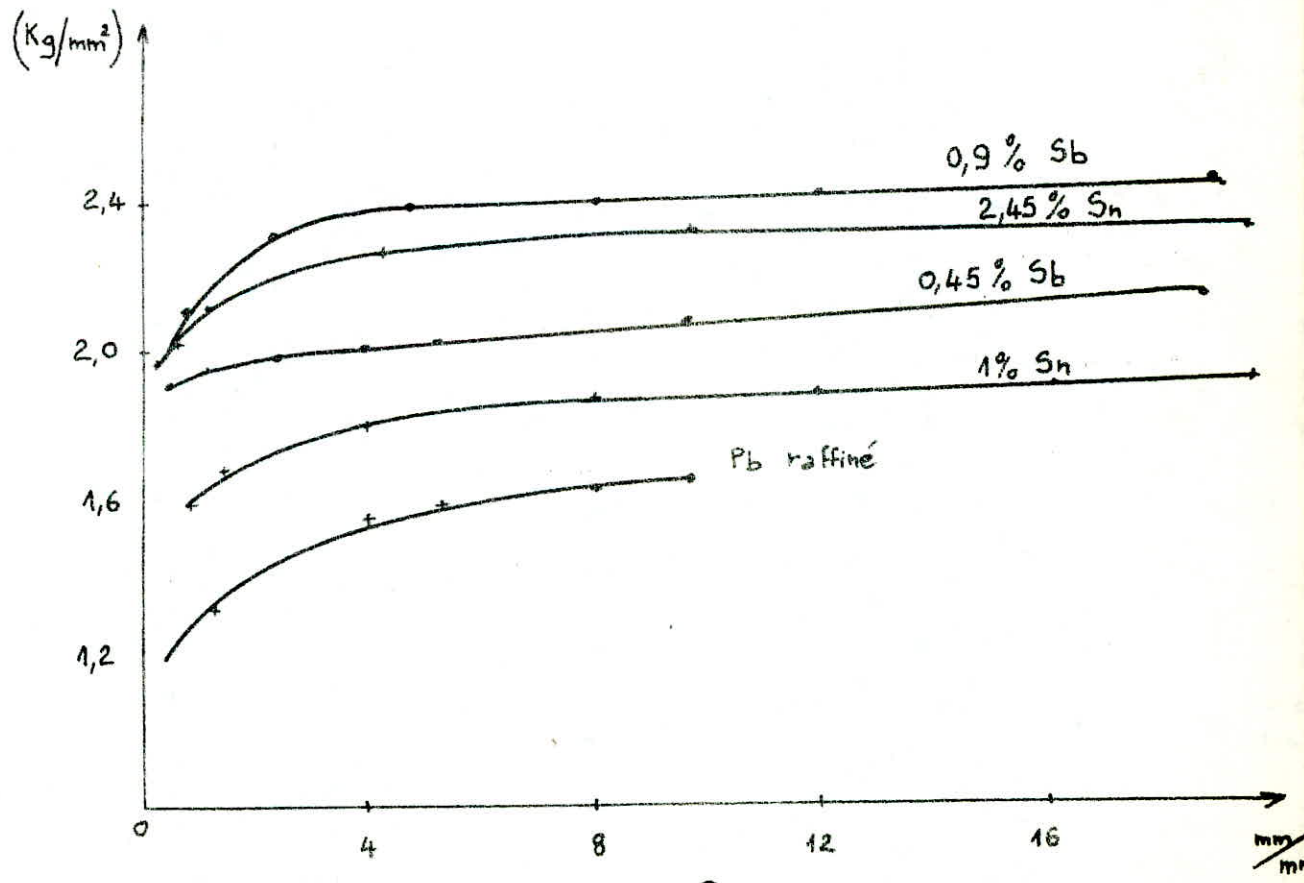


Fig: 9

Influence de la vitesse de déformation

C H A P I T R E III

PROCESSUS METALLURGIQUES CONDUISANTS

AU DURCISSEMENT DU PLOMB

L'action d'un élément d'alliage dans une matrice cristalline a pour effet de modifier considérablement ses propriétés mécaniques .

D'une manière assez générale, cette addition accroît la limite élastique et diminue la ductilité ,

Différents processus peuvent conduire au durcissement ou à une augmentation de la résistance à la traction du métal pur. Dans le cas du plomb ces processus peuvent être :

- la formation de solutions solides de substitution
- le durcissement structural ou vieillissement
- la précipitation , au cours du refroidissement d'une phase plus dure, finement dispersée à l'intérieur de la matrice.

#### I- FORMATION DE SOLUTIONS SOLIDES DE SUBSTITUTION:

Les solutions solides sont des phases homogènes à toutes les échelles supérieures à l'échelle atomique. Lorsqu'un solide A dissout dans son volume un autre solide B, les atomes B se placent exactement dans le réseau A sans le détruire .

Cette notion est liée à celle de la miscibilité intime (solubilité). Les règles de HUME-ROTHERY précisent les conditions dans lesquelles la substitution des atomes de plomb par ceux du soluté (Sn, Sb, Cd, Cu ) peut avoir lieu .

Les faibles additions des éléments Sb, Sn , Cd allant de 0,1% à 0,2% ( % massique ) répondent aux conditions de la solubilité.

Les diagrammes d'équilibres nous renseignent sur la solubilité de chacun des éléments aux différentes températures .

Element	Rayons atomiques ( Å )	Leur solubilité dans le plomb (%Ma)	
		100 °C	20 °C
Pb	1,75	-	-
Cu	1,28	-	0,01
Cd	1,52	0,4	0,01
Sb	1,61	0,44	-
Sn	1,58	4	1,9

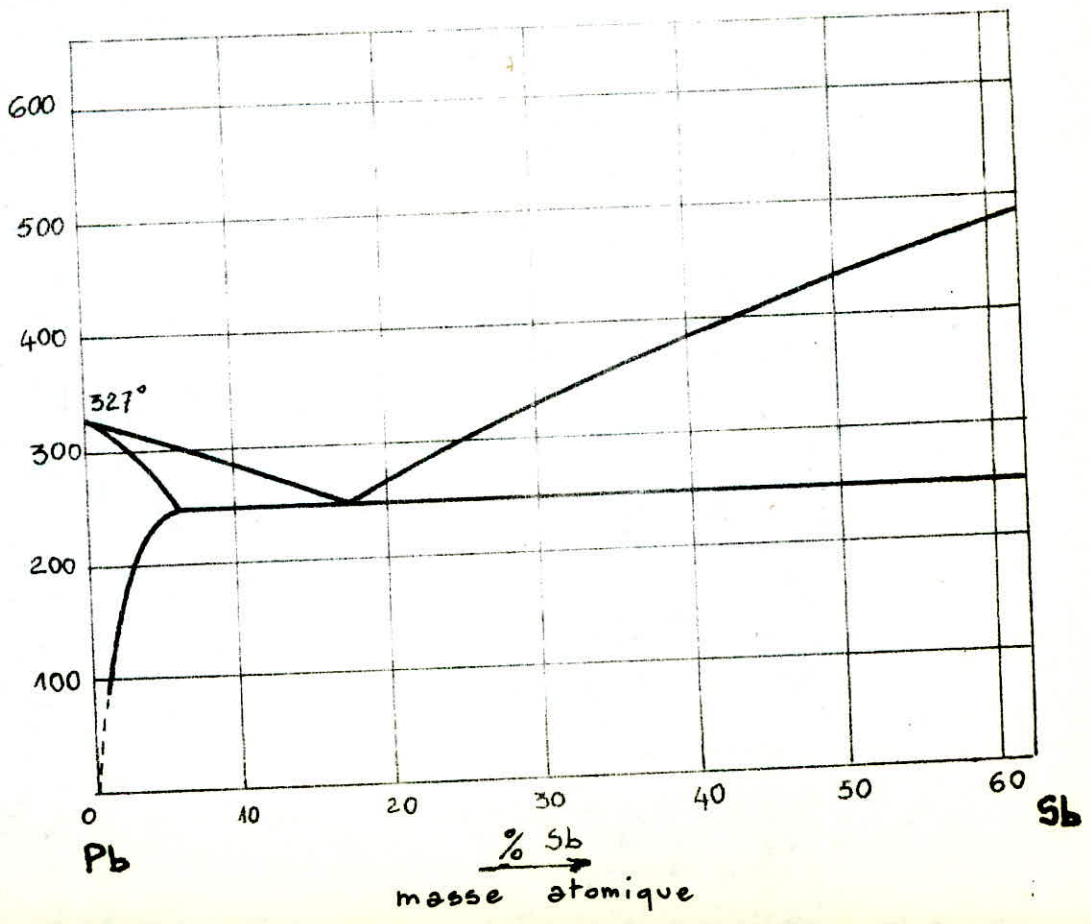
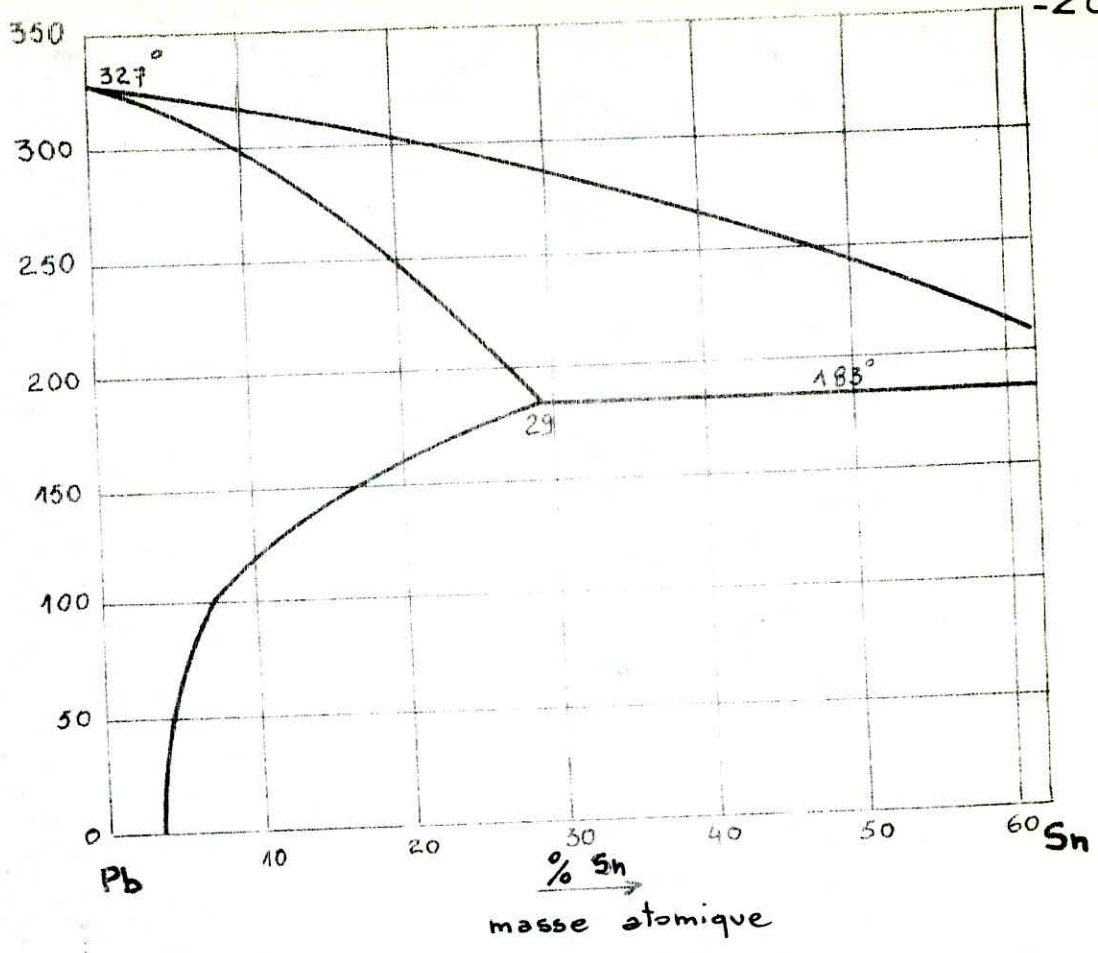
Le paramètre de maille du solvant (Pb) diminuera légèrement étant donné les faibles additions ainsi que l'ordre décroissant des rayons atomiques  $R(\text{Pb}) > R(\text{Sb}) > R(\text{Sn}) > R(\text{Cd}) > R(\text{Cu})$  selon la loi de VEGARD

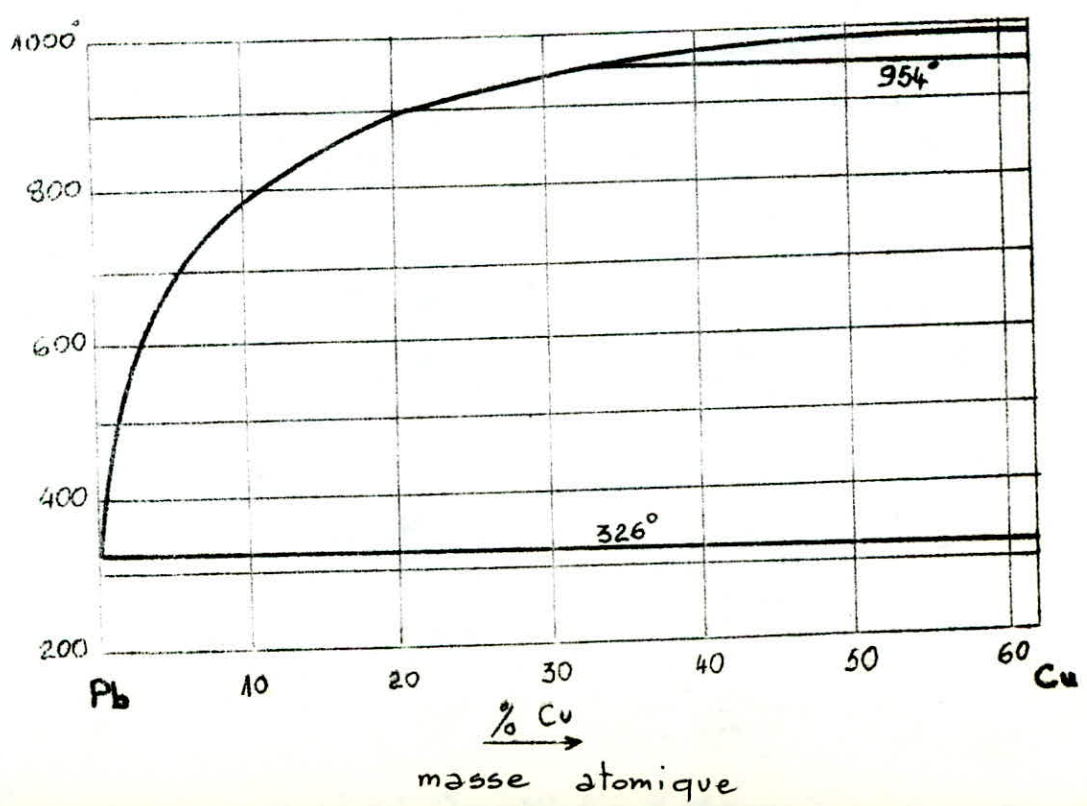
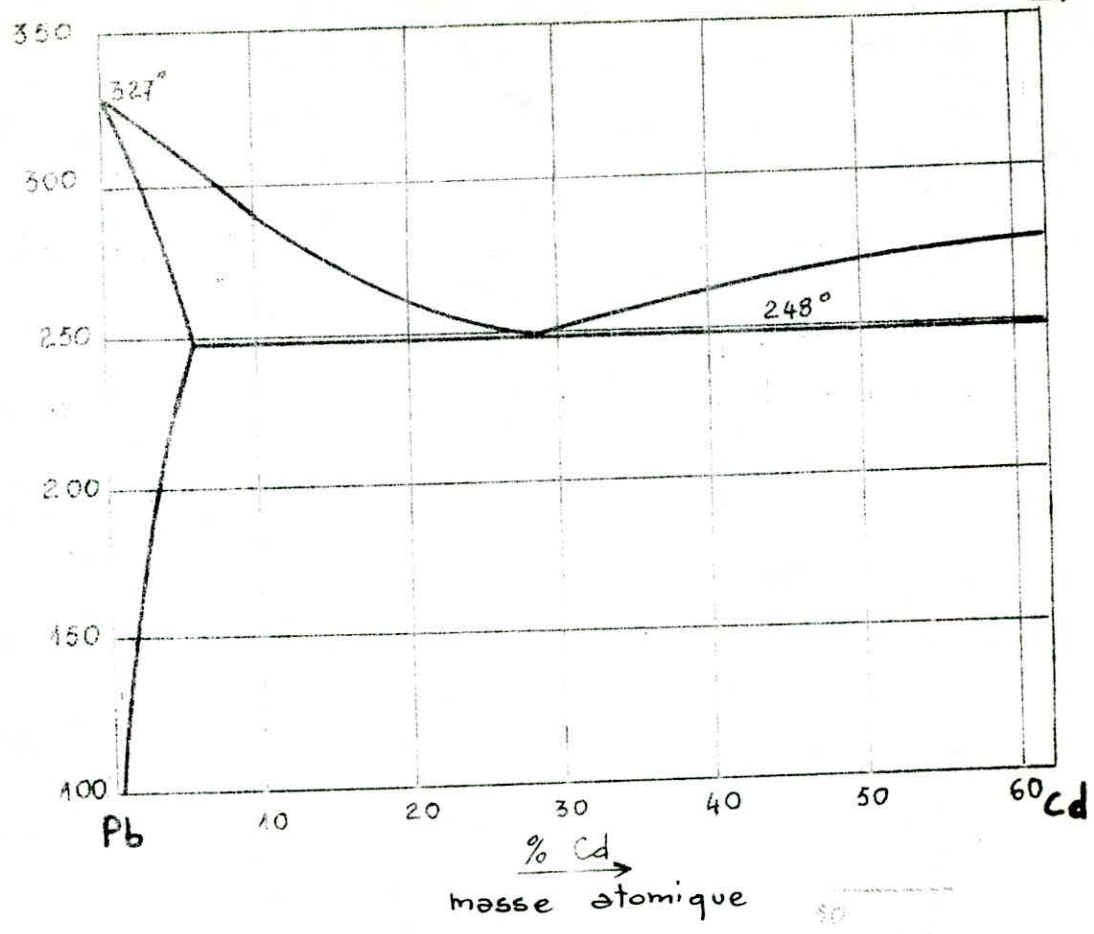
Les solutions solides de substitution élèvent la température de recristallisation du plomb de 0,5.Tf à 0,6.Tf , par conséquent augmentent le durcissement comme on l'a souligné au chapitre II(3-5)

## 2- DURCISSEMENT STRUCTURAL (Vieillissement):

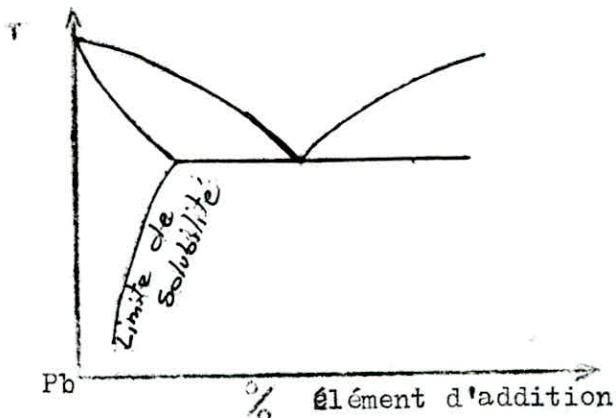
Pendant le vieillissement ,les atomes étrangers migrent vers les dislocations ainsi l'alliage durcit, il y aura augmentation de la limite élastique.Ce durcissement peut avoir plusieurs origines toutes liées au mouvement des dislocations, autrement dit à l'existence d'une force de freinage qui doit être surmontée par une augmentation de la contrainte appliquée.Cette force de freinage provient d'une interaction entre les dislocations et les atomes étrangers en solution .







Pour qu'un alliage puisse durcir par vieillissement, la solubilité de l'élément d'addition doit décroître avec la température



Si on consulte les diagrammes binaires d'équilibres des éléments Pb-Sb, Pb-Cd, Pb-Sn et Pb-Cu on voit immédiatement que le cadmium, l'antimoine et l'étain sont susceptibles au durcissement par maturation. Seul le cuivre ne présente pas les mêmes caractéristiques dont l'eutectique du Pb-Cu se situe à 0,06% (voir diagramme d'équilibre)

### 3- PRECIPITATION:

La précipitation est surtout observable dans les éléments d'additions qui ne sont pas solubles ou ayant une très faible solubilité dans le solvant à l'ambiance.

C'est le cas du cuivre qui présente une solubilité inférieure à 0,01 % en poids massique du plomb.

Donc le cuivre, au cours du refroidissement, précipite dans la matrice de plomb et durcit celui-ci. Sa précipitation, aux joints de grains, stabilise la structure au cours du temps.

On peut être le Tellure comme élément stabilisateur de 1ère catégorie quoiqu'on ne l'a pas utilisé dans nos expériences présente les mêmes réactions que le Cu avec le Pb.

C H A P I T R E   I V

	:
:	:
:	:
:	:
METHODES   EXPERIMENTALES	:
:	:
:	:
:	:

### Methodes Experimentales:

Dans cette partie je rappelle chaque méthode utilisée et son principe.

#### I- Elaboration des alliages et leurs analyses chimique :

##### I-I Elaboration des alliages :

Les alliages de plomb peuvent être obtenus par fusion et mélange de leurs constituants. Il est souvent possible d'introduire directement dans le plomb fondu les éléments d'alliage. C'est le cas de éléments Cadmium et étain qui présente un bas point de fusion.

Par contre il est nécessaire de passer par un alliage mère afin d'obtenir une meilleur homogénéité, vu que les alliages de plomb sont confrontés au problème de Ségrégation en particulier Pb - Sb et Pb-Cu en raison de leur différence de densité.

La fusion du plomb ne présente pas de difficultés particulières, car il n'absorbe pas les gaz et  $O_2$  et  $H_2$  ne sont pas solubles dans le plomb.

##### I-2 Analyse chimique des alliages :

Plusieurs méthodes ont été utilisées soit à Beni-Mered (B.C.L) soit à Sonacome (Rouiba).

Les analyses ont été faites selon les moyens de bord et les plus reproductibles.

Le Cuivre a été déterminé par absorption atomique selon la norme NF 08401 .

L'antimoine : deux méthodes ont été retenues, dosage direct du plomb et par absorption atomique.

L'étain et le cadmium dans le plomb ont été analysés par dosage colorimétrique et par spectrophotométrie .

## 2- Préparations des éprouvettes de Traction :

Les éprouvettes de traction ont été obtenues par moulage en coquille. Le moule est modelé selon le schéma (Fig 10 )

Après démoulage, les éprouvettes normées sont ébarbées au moyen de scie à ruban et meule.

## 3-Préparation des échantillons de Micrographie :

### 3-1 Enrobage :

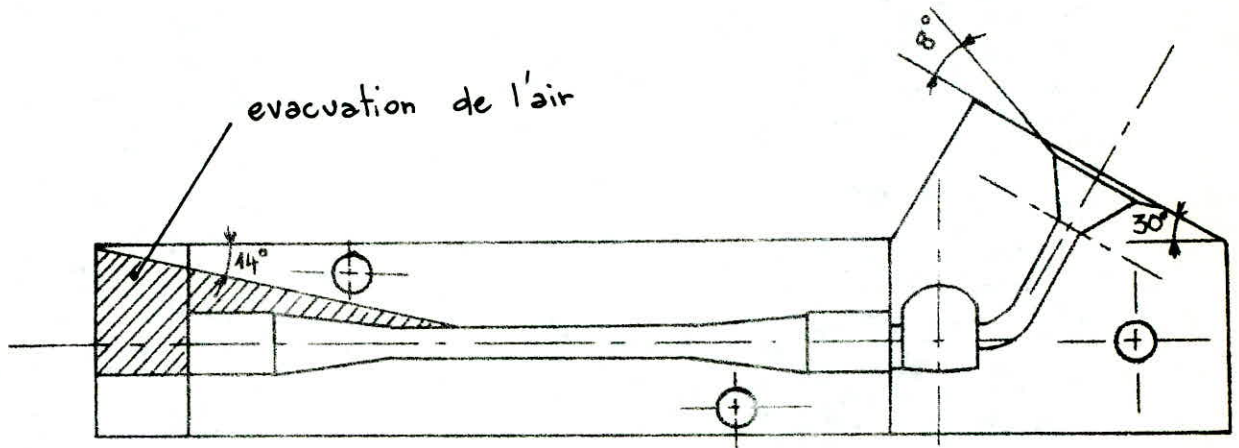
Etant donné que le plomb fusionne à 327°C, nous sommes amenés à effectué notre enrobage dans la Résine à froid afin d'éviter toute transformation de la structure sous l'effet de la température.

### 3-2 Polissage :

Le polissage est très difficile en raison de la faible dureté du plomb et de la formation d'un voile d'écaillage à la surface de l'échantillon, au cours du polissage.

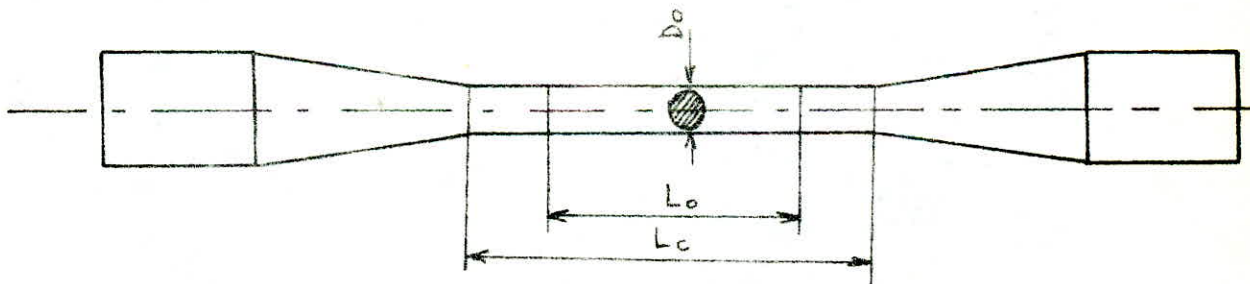
On peut obtenir des résultats satisfaisants en polissant sur des papiers abrasifs de finesse croissante (120, 320, 600, 1600) imbibés d'huile, puis en terminant le polissage sur un drap ou une peau de chamois avec de la magnésie en suspension dans du pétrole.

Fig: 10



Moule en coquille

Fig: 11



eprouvette de traction

$$L_0 = K \sqrt{S_0}$$

$$S_0 = \frac{\pi D_0^2}{4}$$

$$L_c = \left( L_0 + \frac{D_0}{2}, L_0 + D_0 \right)$$

3-3 Attaques:

Là aussi, on a observé une certaine difficultés afin de faire apparaître selon ce qu'on désire constater.

Différentes attaques ont été retenues :

3-3-1 Réactif à l'acide Chlorhydrique :

Composition: Acide Chlorhydrique ( $d=1,12$ )

Indications: HCl révèle le contour des grains du Pb, durée d'attaque : 1 → 10 mn

3-3-2 Réactif à l'acide Acétique :

Composition : Acide acétique à 5% dans l'alcool

Indication: D'après BAUCKE, ce réactif donne une attaque contrôlée des grains du Plomb, malgré la lenteur de son action.

3-3-3 Réactif à l'acide Acétique et à l'acide Nitrique :

Indication : VILLELA et BERECEKOFF ont indiqué une méthode de polissage et attaque du Pb que voici:

3-3-3-1 Polissage préliminaire :

Le polissage se fait sur une gamme de papiers abrasifs de finesse croissante, en utilisant, comme lubrifiant, l'huile de paraffine. On le poursuit sur un drap imbibé de pâte à polir, de savon et d'une solution de cire de paraffine.



3-3-3-2 Préparation de la Surface :

L'échantillon est lavé à la benzine, puis attaqué avec une solution de molybdate d'ammonium, L'attaque est faite en passant l'échantillon sur un drap imbibé de solution.

3-3-3-3 Attaque :

L'échantillon est de nouveau poli sur le mélange indiqué précédemment (3-3-3-I) , puis immergé dans la solution suivante : pendant : 4-30mn

H <sub>2</sub> O	I6 parts		Glycérine	4 parts
Acide Acétique	3 parts	OU	Acide acétique glacial	I part
Acide Nitrique	4 parts		HNO <sub>3</sub> Conc	I part

Chauffée à 40 ÷ 42°c

En procédant par polissages et attaques alternées, on obtient par ce moyen une excellente attaque micrographique de plomb, mettant en évidence les structures ,

4- Essai de Traction :

Dans cet essai, on impose à l'éprouvette de la longueur utile L<sub>0</sub> et de section initiale S<sub>0</sub> de s'allonger à une vitesse donnée, en lui appliquant un effort uniaxial de traction.

On enregistre une courbe F(ΔL) qui relie l'effort fourni à la déformation produite. La Force F nécessaire pour poursuivre la déformation augmente avec ΔL.

Pour un allongement donné, sa valeur dépend de la vitesse de Traction choisie (Chapitre II, 3-4).

Après une partie croissante, la courbe effort-déformation présente un maximum puis une position décroissante qui se termine par la rupture. La dernière partie correspond à la striction qui se localise dans une zone limitée dont la section se réduit de plus en plus, alors que le reste de l'éprouvette ne se déforme plus.

Caractéristiques conventionnelles:

- Limite d'élasticité :  $\delta = \frac{F_0}{S_0}$  (F<sub>0</sub>=Charge au point)  
L.E

- Charge à la rupture : est l'allongement réparti correspondant aux coordonnées du Maximum de la Courbe:

$$R = \frac{F_m}{S_0}$$

- L'allongement total ou de rupture :

$$A_r = \frac{L_r - L_0}{L_0}$$

- Contrainte vraie :  $\delta = \frac{F}{S} = \frac{F}{S_0} \left( 1 + \frac{\Delta L}{L_0} \right)$

5- Essai de dureté :

La dureté est la résistance qu'un matériau oppose à la pénétration d'un corps dur. Le principe d'un essai consiste donc à introduire, dans le matériau à tester, un pénétrateur et à caractériser l'empreinte formée.

5-I Méthode Brinell : (Fig 12)

La méthode Brinell utilise une bille en Acier ou en Carbure de tungstène de diamètre I, 2,5 , 5 ou 10mm. Cette bille est imprimée progressivement, et sans à coups dans le métal avec une charge P normalisée fonction du Matériau et du diamètre D de la bille la charge est définie par la relation/

$$P = 2,5 D^2$$

P: en Kgf

D: diamètre de la bille en mm.

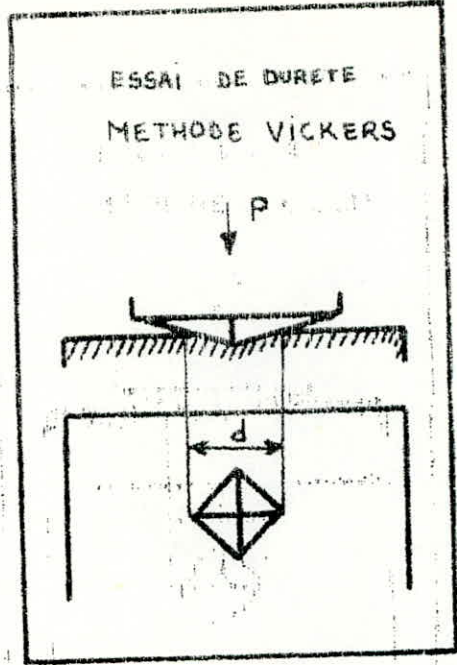


fig: 13

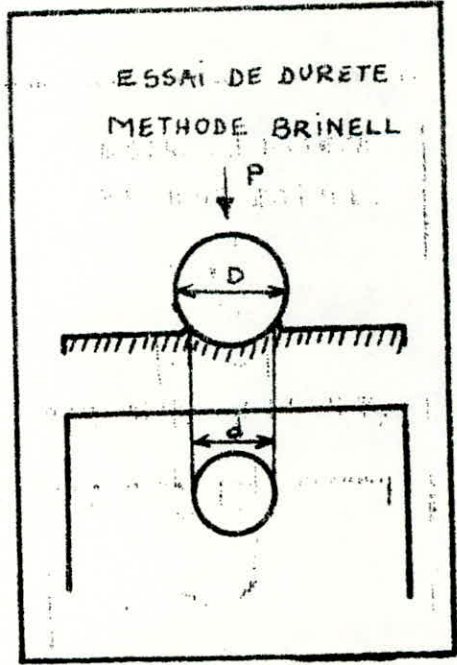


fig: 12

Cette charge doit être maintenue appliquée pendant 15 s. Après enlèvement de la charge, on mesure le diamètre d de l'empreinte avec oculaire umétrique ou une règlette.

La dureté HB : est définie par la formule

$$HB = \frac{P}{S} = \frac{2 \cdot P}{\pi D (D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (\text{Kgf/mm}^2)$$

S : aire de la Calotte Sphérique

d : diamètre de l'empreinte.

### 5-2 Méthode Vickers : (Fig 13)

Le principe est le même que celui de la méthode Brinell, mais le pénétrateur est une pyramide à base carrée en diamant, avec un angle au sommet de 136° entre 2 faces.

On mesure, dans ce cas, la longueur d des 2 diagonales de l'empreinte carrée laissée par le pénétrateur dans le métal. La moyenne de ces 2 mesures permet d'obtenir la dureté par la formule:

$$HV = \frac{P}{S} = \frac{2 \cdot P \cdot \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = \frac{1,854 \cdot P}{d^2} \quad (\text{Kgf/mm}^2)$$

La charge utilisée pour le plomb étant la plus faible possible. Toutefois cette méthode nécessite une préparation très soignée de la surface. Cette méthode est la plus précise étant donné que la mesure des diagonales se fait à l'aide du microscope.

### 6- Densimètre :

Il nous permet de comparer les différentes densités des alliages dans l'intérêt de vérifier qu'il y a formation de solution solide de substitution. Il est en principe facile de reconnaître si elle est d'insertion ou de substitution. En comparant la densité expérimentale à la densité théorique.

Le principe du densimètre est basé sur la détermination du volume qu'occupe un matériau donné de poids connu dans les conditions de températures égale à 20°C.

7- Diffraction X: (R.X)

L'appareil utilisé est de marque SIEMENS. L'anticathode est en Cobalt dont les caractéristiques sont :

$K_{\alpha 1}$	$K_{\alpha 2}$	$K_{\beta}$
1,789 Å	1,793 Å	1,621 Å

L'échantillon est une plaquette plane bien polie 35x35 mm et tourne à une vitesse de 1/20 degré/minute. Le compteur a une vitesse de 1/10 degré/minute.

Le compteur est placé de façon à recevoir les rayons diffractés par l'échantillon sous l'angle  $2\theta$ .

La réponse du capteur est enregistrée et on obtient ainsi un diagramme I ( $2\theta$ ) formé de pics correspondant aux réflexions (h.k.l)

8- Microscopie Optique :

Les microphotographies ont été prises à SONACOME (ROUIBA) sur un microscope CARL-ZIESS, en lumière naturelle, daté d'appareil assez puissant pour photographier, ayant une étendue de grossissement allant de I à X 3200

CHAPITRE V

:  
: RESULTATS ET LEURS :  
: :  
: INTERPRETATIONS :  
: :  
: :  
:

I- Elaboration des alliages et leurs analyses :

L'élaboration des alliages a été faite à la fonderie de ( SONACOME ).

Les matériaux utilisés sont :

Le plomb : (Pb) élément de base nous a été fourni par SONELEC (ENICABLE) sous forme de lingot de composition chimique/:

Pb :	99,9959%
Ag :	0,0009%
Fe :	0,0006%
Zu :	0,0005%
Cu :	0,0006%
As :	0,0004%
Sb :	0,0003%
Bi :	0,0007%
Cd :	0,0002%
Ni :	0,0001%

Le cuivre : (Cu) élément d'addition de purté (99,98%) utilisé pour fil électrique.

Etain : (Sn) élément d'addition fourni sous forme de lingot de pureté industrielle (99,98%)

Cadmium : (Cd) élément d'addition fourni sous forme de barreaux l'analyse chimique a donné une pureté de (99,96%)

L'antimoine : (Sb) élément d'addition fourni sous forme d'alliage-mère Pb -Sb (3%). Par la récupération de plomb (SNS) -REGHAIA

Les alliages ont été élaborés dans un creuset en Céramique de capacité: 340 cm<sup>3</sup> (Echelle laboratoire). Le chauffage était assuré par des brûleurs alimentés en gaz naturel, le contrôle de la température s'est fait au moyen d'un pyromètre Nickel-Chromel à affichage digital. La température étant fixée à 3950 ÷ 405°C afin d'empêcher l'oxydation au dela.

Aussitôt que le bain liquide atteint le domaine de température prévue, puis agitation au moyen d'un barreau inoxydable on procède à la coulée dans les moules (Fig 10 ).

Les différents alliages prévus :

Les éléments introduit dans le creuset sous forme de plaquettes ou de copeaux. Les pesées ont été faite sur une balance électrique de précision 1/1000

Les alliages élaborés sont :

- Plomb + 0,06% de Cu + 1% Sb
- Plomb + 0,4% Sn + 0,2% Cd
- Plomb + 0,4% Sn + 0,2% Sb
- Plomb + 0,4% Cu

Les analyses ont donné :

ELEMENTS	Pb	Cu	Sb	Sn	Cd
ALLIAGE -1-	99,187	0,043	0,77	X	X
ALLIAGE -2-	99,488	X	X	0,331	0,181
ALLIAGE -3-	99,41	X	0,12	0,47	X
ALLIAGE -4-	99,967	0,033	X	X	X



On supposera que les impuretés sont négligeables ou incluses dans les compositions du plomb.

Les écartements de la composition sont dus à la dégradation ainsi qu'à la prise d'essai. Et les analyses ont été faites avec les méthodes indiquées au chapitre IV.

2- Essai de Traction :

Les essais de traction ont été réalisés sur une machine Universelle BALDWIN (Fig 14 ). Elle se compose de 2 caisses : une contenant le bâti de chargement et l'autre contenant le tableau de contrôle (extensomètre, vitesse, charge.....)

Tous les essais ont été réalisés dans les conditions suivantes :  
éprouvettes : (Fig 11 ) à section circulaire

$D_0 = 8\text{mm} \quad = 0 \quad S_0 = 50\text{mm}^2$

$L_0 = K\sqrt{S_0}$  avec  $K = 5,65$  selon la norme AFNOR

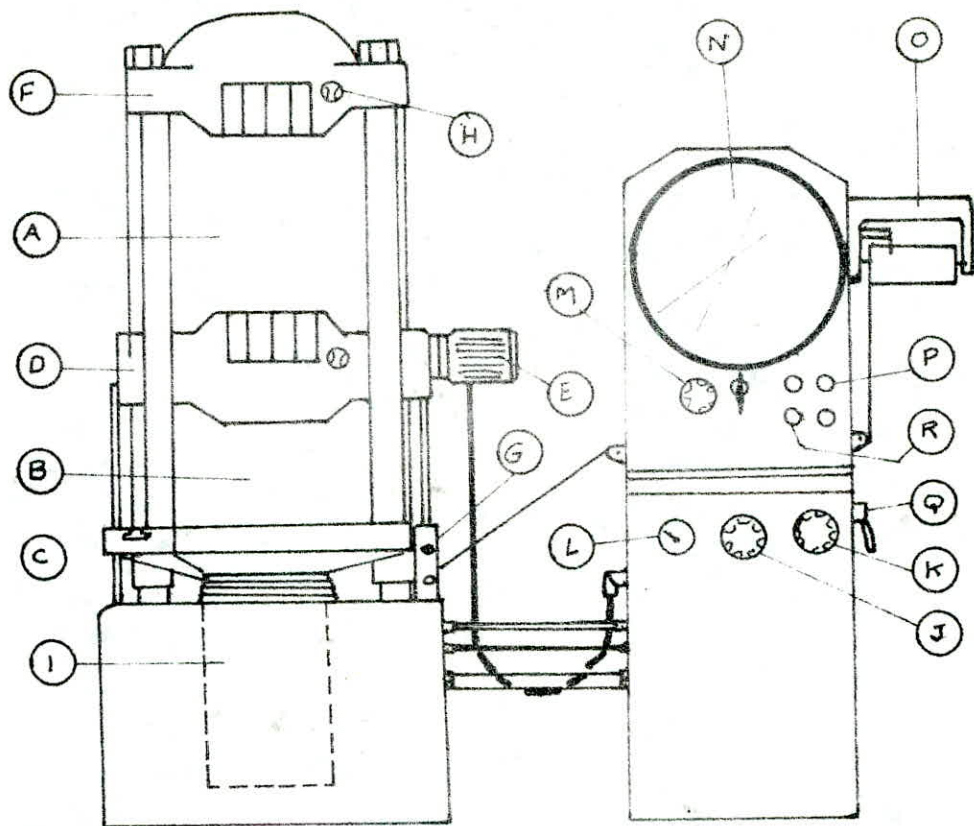
$L_0 = 40\text{mm}.$

- La vitesse utilisée étant de 2mm/mn
- Charge : 600 Kgf.
- Temperature : 16 ÷ 17°C

Le dépouillement des courbes enregistrées par l'extensomètre  $F = (DL)$  rapporté à la section initiale  $\delta = \frac{F}{S_0} \left( \frac{\Delta L}{L_0} \right)$  ont donné pour chaque alliage

les courbes illustrées sur les Figures (15, 16, 17, 18, 19, 20)

Je rappelle que chaque courbe étant la moyenne de 6 essais. Ces mêmes courbes réunies sur un même repère, nous permet de rendre compte l'efficacité des additions sur l'augmentation de la charge à la rupture.



LEGENDE

Poste de travail

Poste de commande DR

- A - Emplacement pour essais de traction
- B - Emplacement pour essais de compression, flexion, pliage, billage, flambage
- C - Traverse inférieure
- D - Traverse intermédiaire
- E - Moteur de traverse
- F - Traverse supérieure
- G - Commande électrique de traverse mobile
- H - Commande serrage des mors
- I - Vérin

- J - Réglage des charges
- K - Réglage de la vitesse
- L - Commande manuelle "décharge", "stop", "charge"
- M - Commande changement de sensibilité
- N - Cadran indicateur avec aiguille maxi
- O - Enregistreur allongement
- P - Pompe MARCHE ARRET
- Q - Séctionneur général
- R - Commande "charge Décharge"

Fig. 14.- Machine universelle de traction  
Type U5 DR.

fig. 15

Pb pur (99,995%)

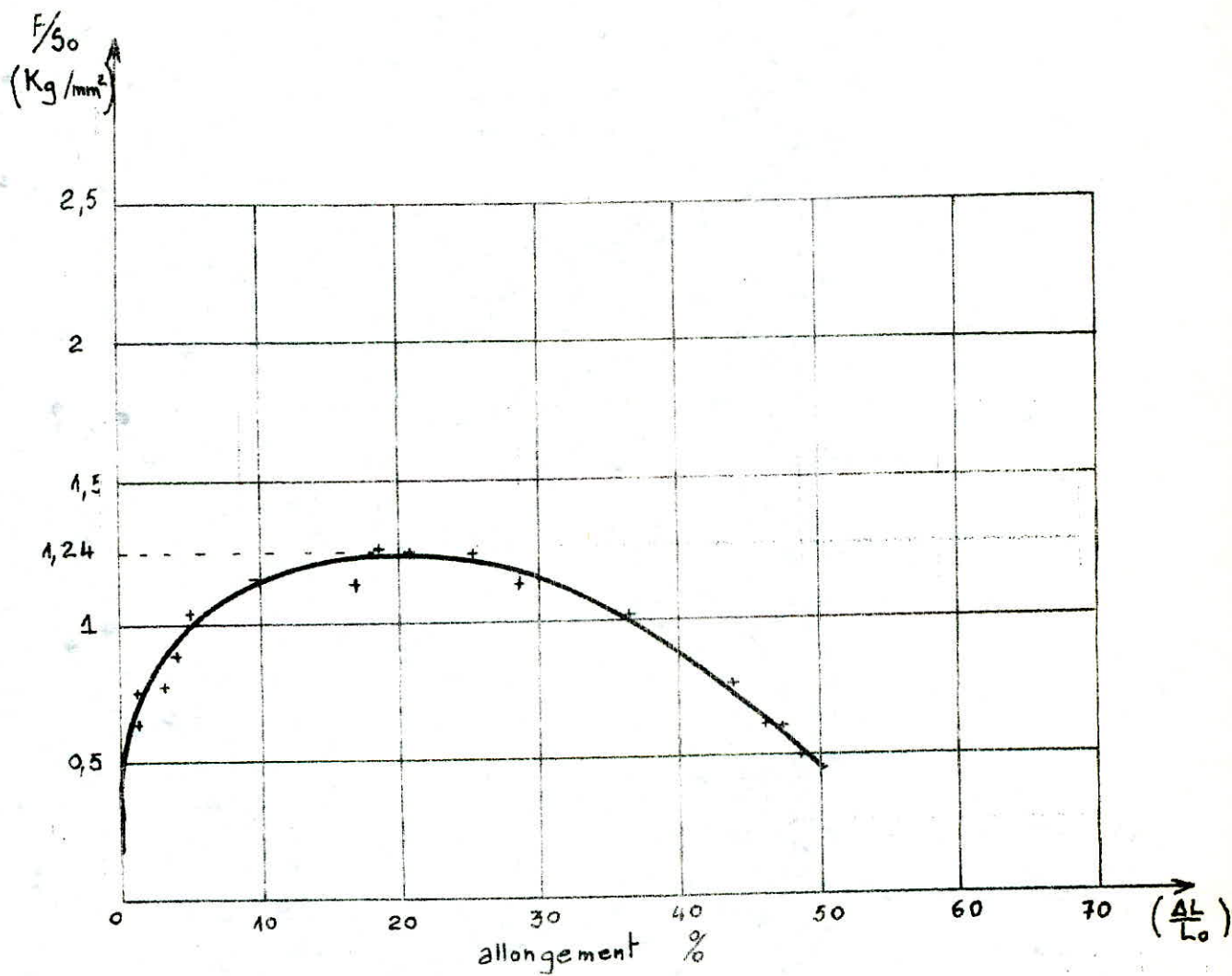


Fig: 16

Pb - Cu (0,033%)

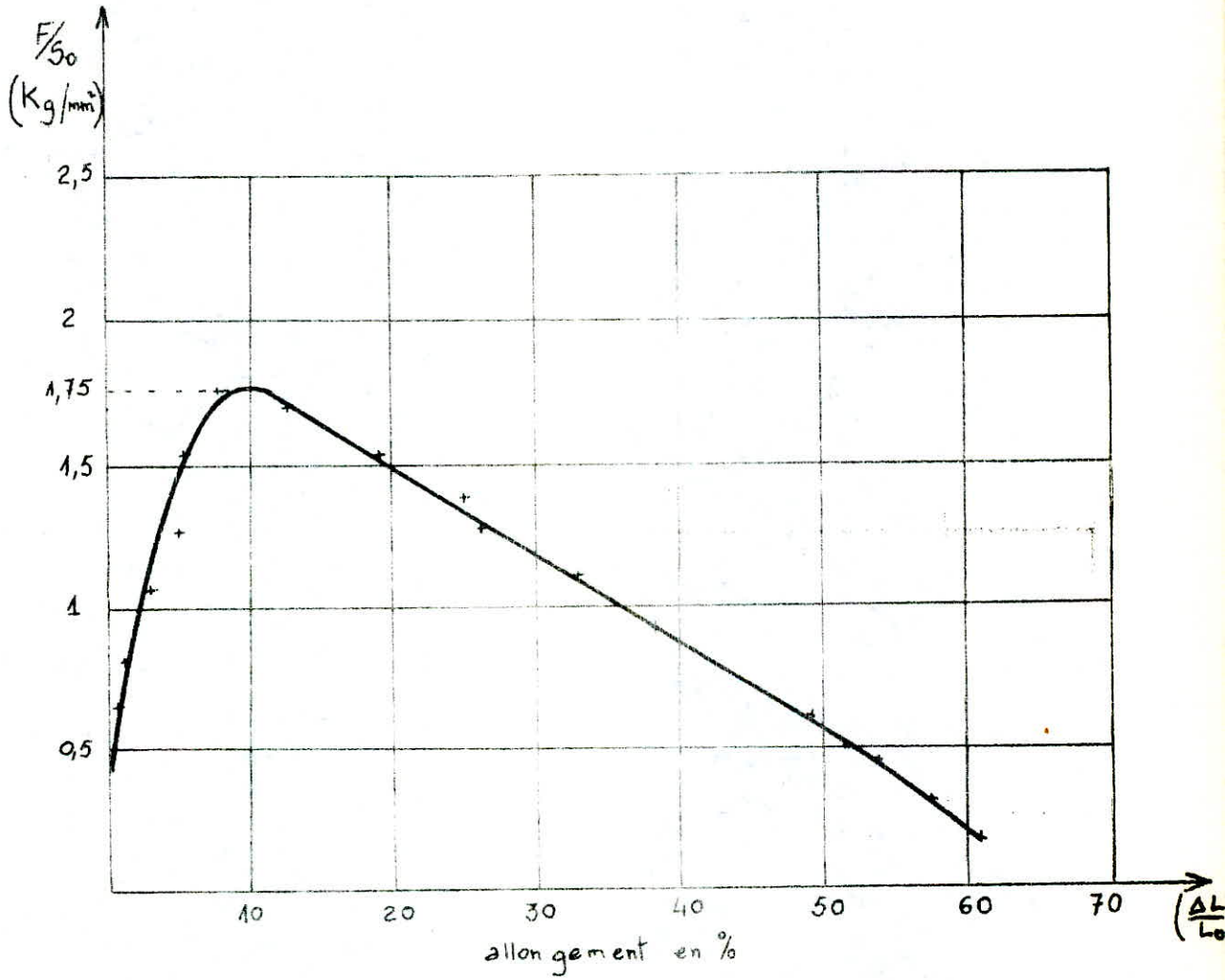


Fig: 17

Pb - Sn (0,33%) - Cd (0,18%)

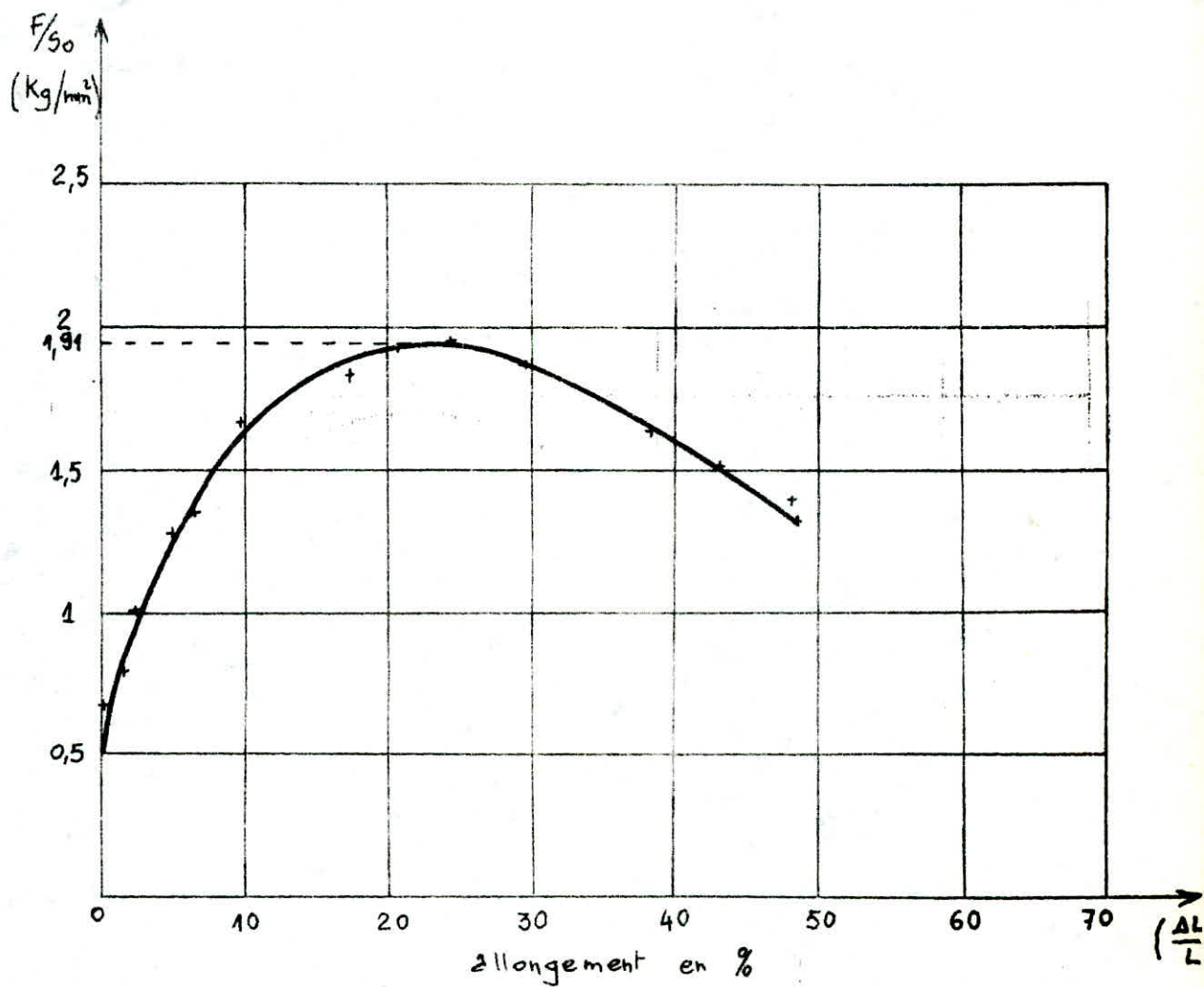


Fig. 18  
Pb - Sn (0,47%) - Sb (0,12%)

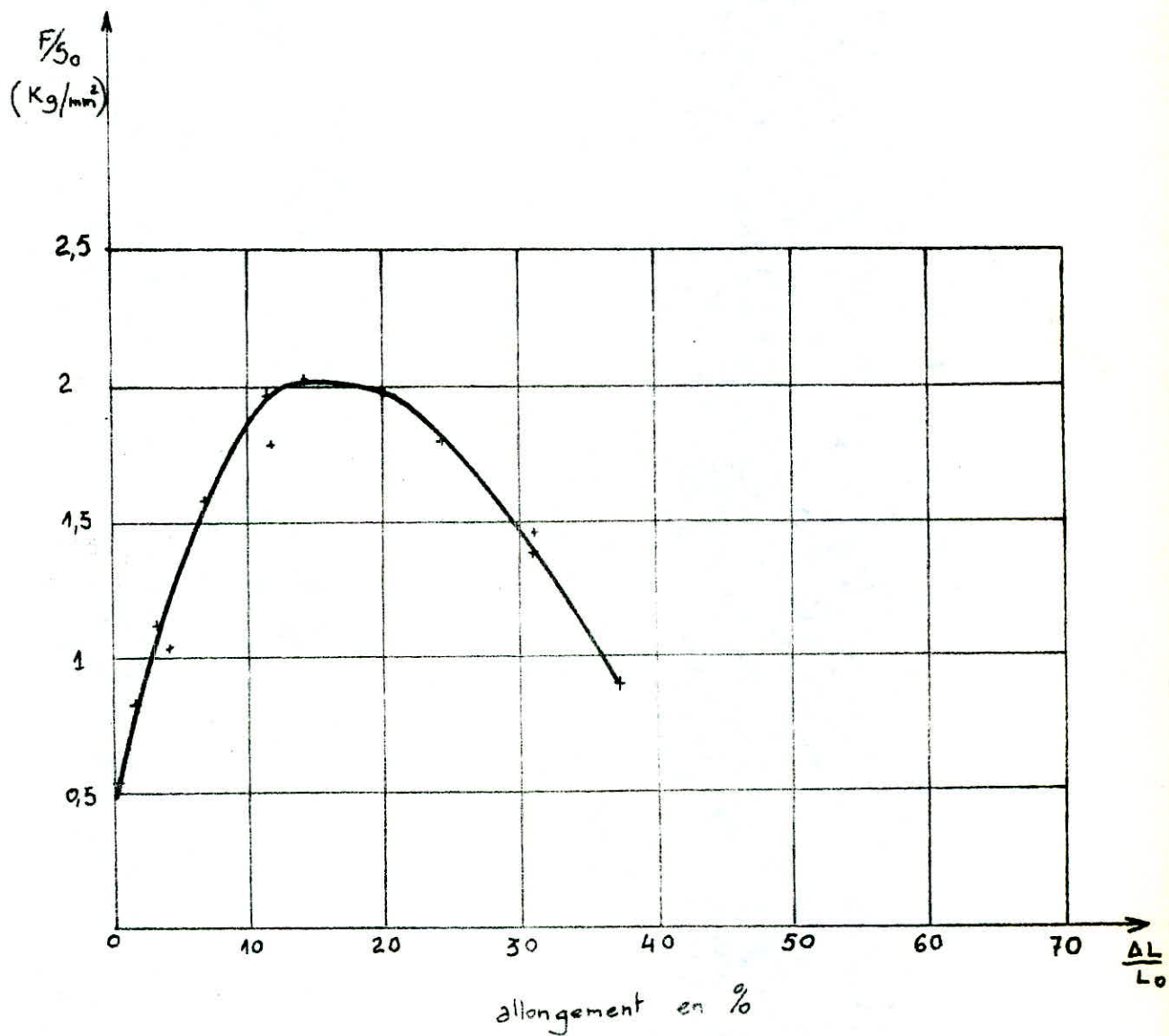
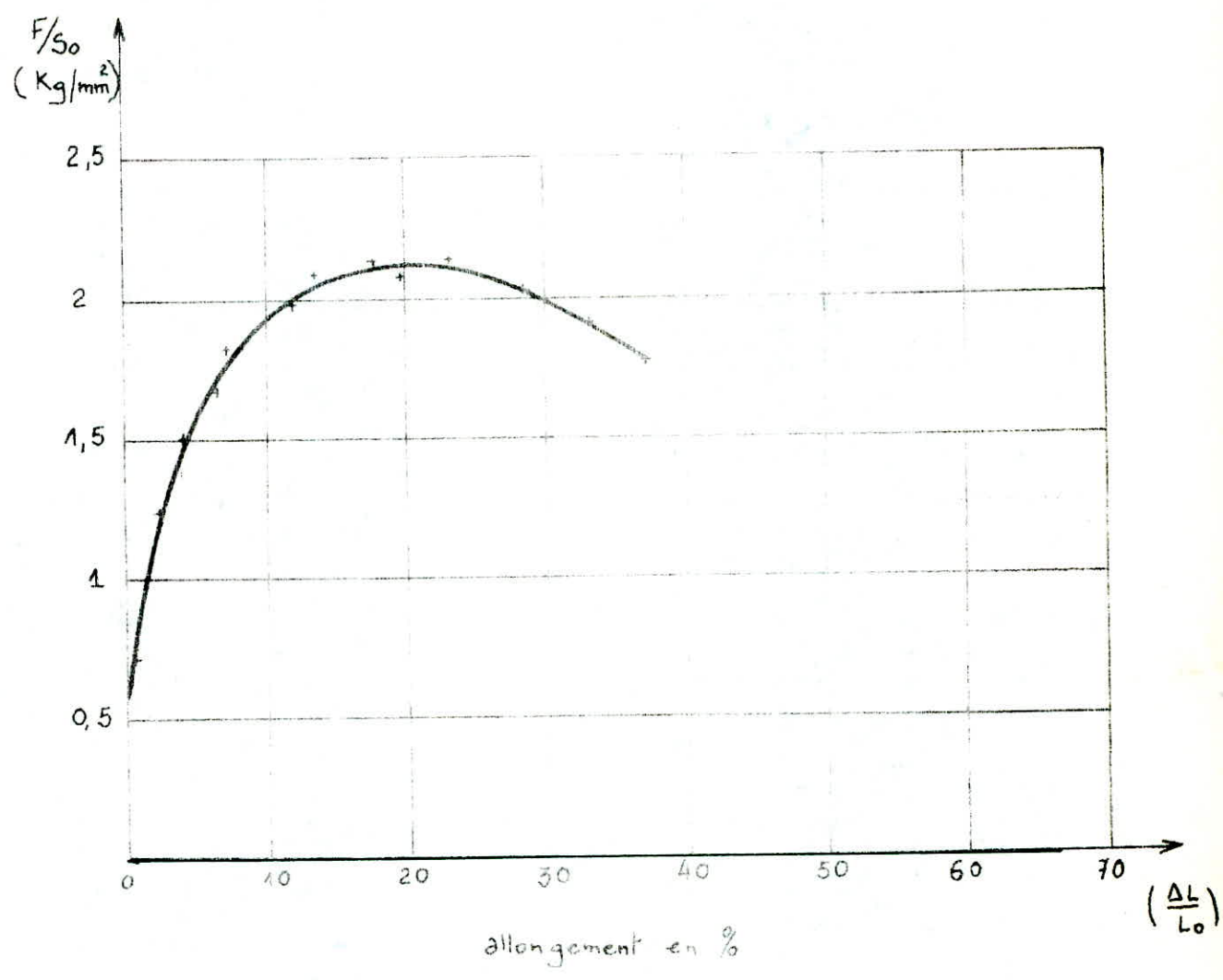


fig:19

Pb - Cu (0,047%) - Sb(0,77%)



Le tableau suivant donne la charge à la rupture en fonction de la composition chimique.

COMPOSITION CHIMIQUE	CHARGE RUPTURE (Kg/mm <sup>2</sup> )	ALLONGEMENT (%)
Plomb pur (99,995%)	1,24	50
Plomb + 0,043%Cu+0,77%Sb	2,17	38
Plomb + 0,33%Sn+0,18%Cd	1,95	47
Plomb + 0,47%Sn+0,12%Sb	2,01	37
PLOMB + 0,033%Cu	1,75	62

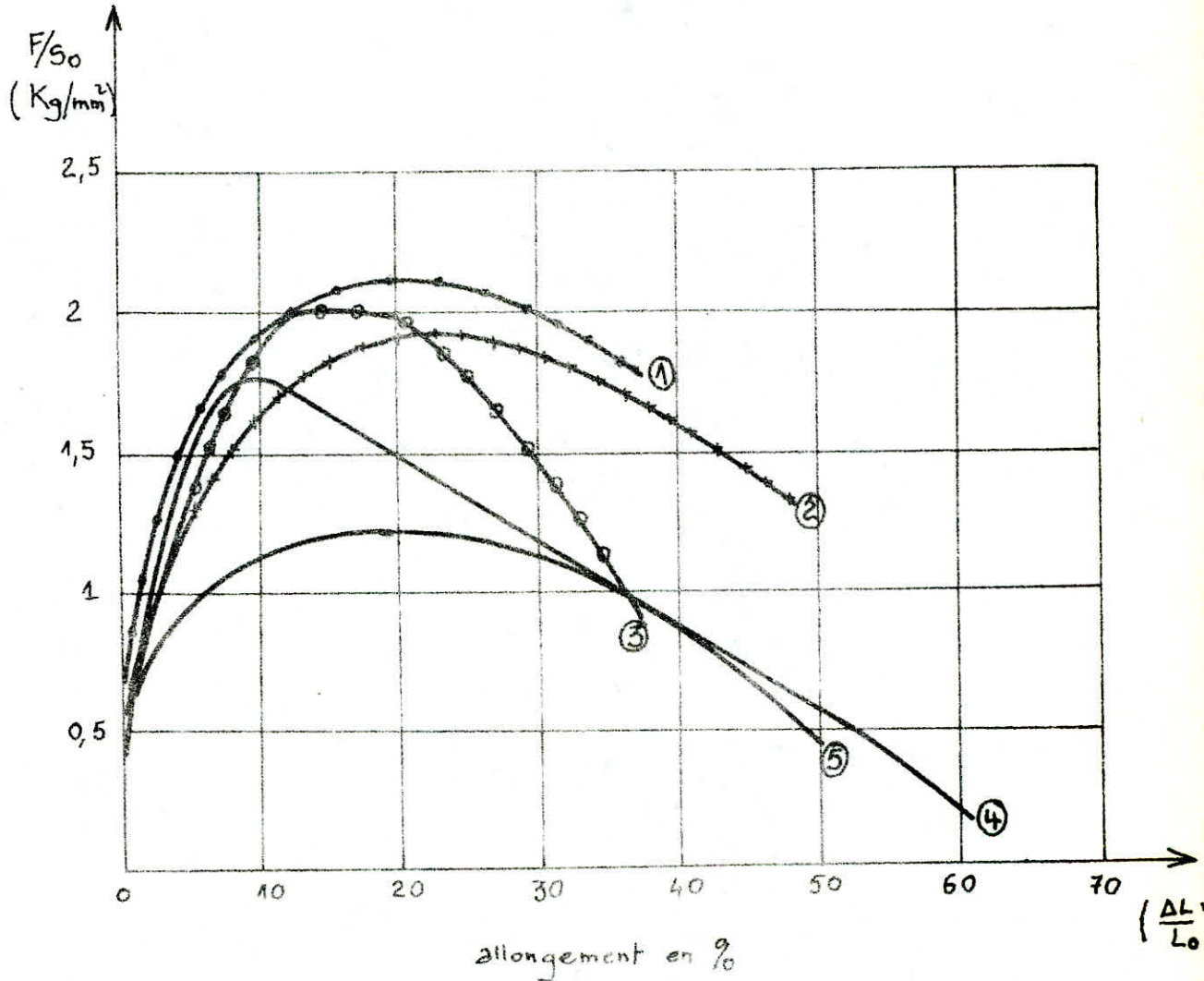
La limite élastique étant très faible pratiquement inaccessible à la mesure mais en peut donner un ordre de grandeur ( 0,15 ÷ 0,25 ) Kg /mm<sup>2</sup>

Dans l'essai de traction on peut dégager quelques remarques du comportement de chaque élément additionnel.

- L'introduction de 0,033% de Cu dans le plomb augmente remarquablement l'allongement

- 0,77% Sb + 0,04% Cu donne une résistance à la traction maximale mais entraîne une rupture instantanée.





- ① Pb + 0,043% Cu + 0,77% Sb
- + + + + + ② Pb + 0,33% Sn + 0,18% Cd
- ○ ○ ○ ○ ③ Pb + 0,47% Sn + 0,12% Sb
- ④ Pb + 0,033% Cu
- ⑤ Pb pur

- 0,4% Sn + 0,18 Cd ont enregistré des courbes régulières et reproductibles. On peut les considérer comme des éléments réguliers, l'allure générale  $\delta = \frac{F}{S_0} = f\left(\frac{\Delta L}{L_0}\right)$  est représenté sur la fig 17

- 0,47% Sn + 0,12% Sb ont donné des courbes dont la substitution du Cadmium avec l'Antimoine réagit par un léger accroissement de la résistance à la traction

Toutes les courbes  $\delta = \frac{F}{S_0} = f\left(\frac{\Delta L}{L_0}\right)$  réunies nous permettent de déduire l'influence des éléments additionnels sur la résistance à la traction.

### 3- Essai de Dureté :

Les 2 méthodes choisies pour évaluer la dureté du plomb et ses alliages nous ont permis de constater l'évolution du durcissement en fonction de la nature et la quantité de l'élément additionné.

La méthode Vickers et Brinell donne les mêmes résultats pour des valeurs inférieures à 300 Kg/mm<sup>2</sup>.

La moyenne de plusieurs essais nous donne les valeurs suivantes:

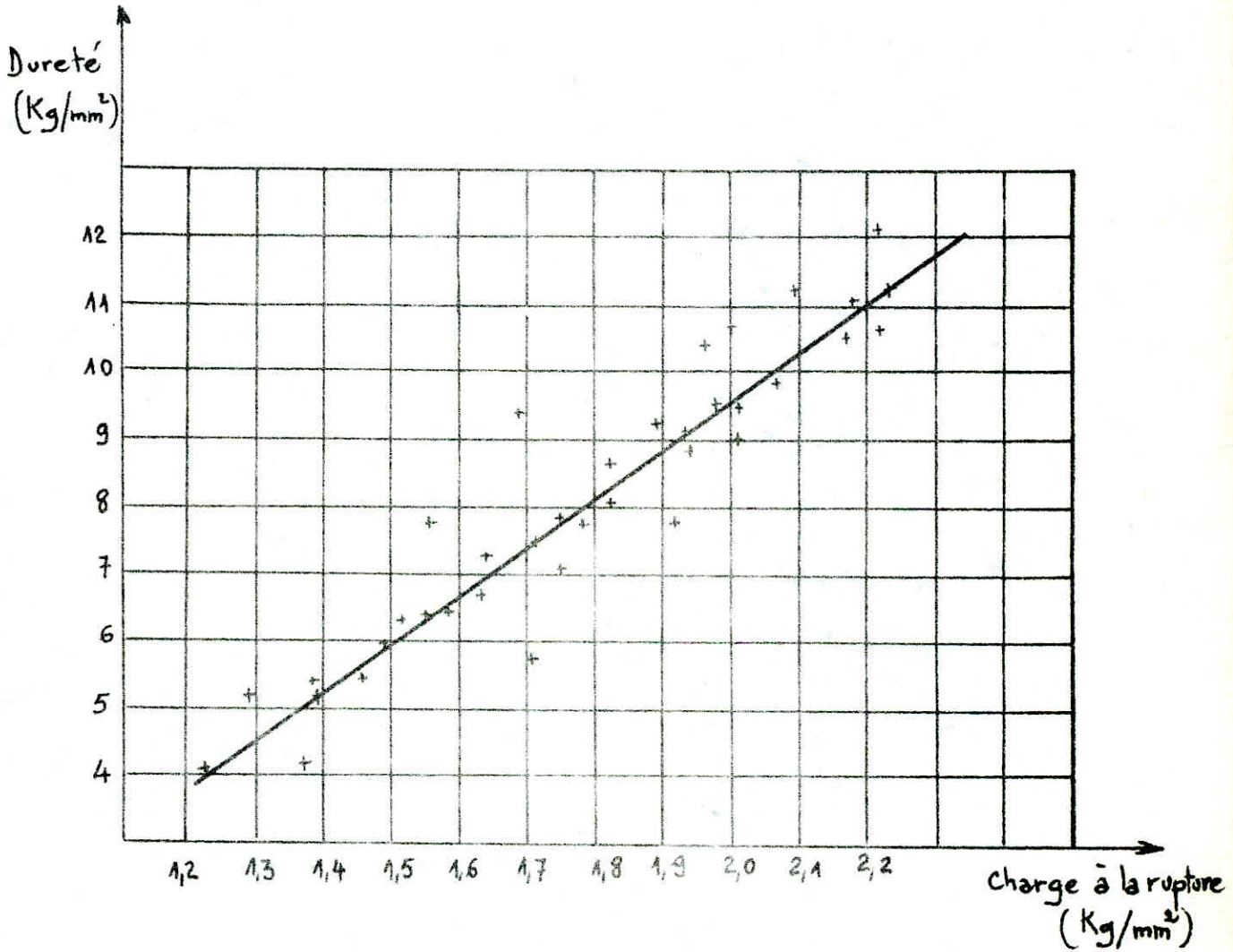
Composition	Dureté BRINELL	Dureté VICKERS
	P=15,625Kgf t=15s	P=2,5 Kgf
Pb(99,995%)	4,32	5,01
Pb+0,033%Cu	5,23	5,91
Pb+0,33%Sn+0,18Cd	6,91	7,06
Pb+0,043%Cu+0,77Sb	9,96	11,03
Pb+0,47%Sn+0,12%Sb	7,12	7,95

A travers toutes ces valeurs on note l'accroissement pratiquement linéaire de la dureté en fonction de la résistance à la traction.

On a pu établir une courbe linéaire donnant la dureté en fonction de la résistance à la traction (fig 21) .

Fig : 21

Relation entre dureté et charge à la rupture du Pb



#### 4- MICROGRAPHIE:

Le plomb présente une structure à gros grains. Les différentes modifications que puissent apporter les éléments d'additions Cd, Cu, Sb et Sn, sont visualisées sur les planches des micrographies

##### Observations

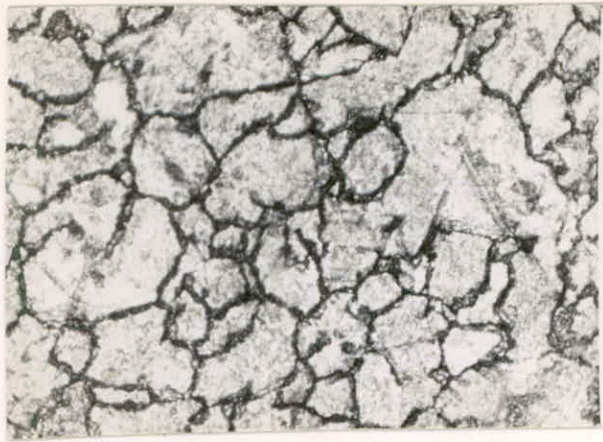
Pb-Cu(0,033%): De petits grains insolubles (inclusions) de cuivre apparaissent dans la matrice de plomb, un grossissement de 1000 est nécessaire. Afin d'éviter des attaques excessives le peroxyde d'hydrogène est un réactif conseillé pour révéler les particules de cuivre

Pb-Sn(0,43%)-Cd(0,18%): Les faibles quantités d'étain et de cadmium donnent une structure à grains fins, la formation de solutions solides riche en plomb provoquent une consolidation de la structure et son homogénéisation.

Pb-Cu(0,043%)-Sb(0,77%): Les micrographies de l'antimoine-cuivre dans du plomb présente une structure dendritique où le plomb est visible en blanc

Pb-Sn(0,47%)-Sb(0,12%): Les deux éléments additionnels précipitent dans la matrice de plomb en formant des solutions solides. Le grain est légèrement grossier relativement à l'alliage Pb-Sn-Cd seulement l'augmentation de la dureté nous permet de supposer que l'adjonction de l'antimoine en est responsable.





grains de Pb pur (99,995%)  
attaqué par la méthode de  
Vilella et Beregekoff  
X 200



Pb - Cu (0,043%) - Sb (0,77%) X 25  
structure dendritique fine de Pb (Blanc)  
attaqué au: molybdate d'ammonium  
+ acide nitrique

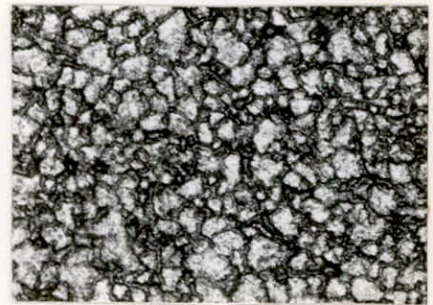


Pb - Cu (0,043%) - Sb (0,77%) X 125  
large grain dendritique de Pb (Blanc)



Pb - Sn (0,33%) - Cd (0,18%)  
X 200

l'attaque à l'acide nitrique +  
acide acétique révèlent des  
grains réguliers et homogènes



Pb - Sn (0,47%) - Sb (0,12%)  
X 200

grain sensiblement plus grossier  
que le Pb - Sn - Cd



Pb - Cu (0,033%) X 200  
grains de Pb et particules  
de Cu insoluble dans la  
matrice de Pb



Pb - Cu (0,033%) X 800



(a) X 100

- (a) Pb pur extrudé coupe transversale
- (b) Coupe longitudinale, les grains sont allongés dans le sens de l'extrusion



(b) X 100



attaque macroscopique d'une gaine de Pb pur au molybdate d'ammonium + HNO<sub>3</sub> (1/3 N) révèlent des grains équiaxes.

RESULTATS COMPLEMENTAIRES:I- Analyse cristallographique:

Le but est de déterminer le paramètre de maille du plomb extrudé. Malheureusement cette méthode ne nous permet pas de déterminer l'orientation préférentielle des plans réticulaires après extrusion ou traction.

Un échantillon extrudé a été analysé : le réseau est cubique à faces centrées F. Il y a extinction systématique pour  $h, k, l$  de parité différente. Les 5 premières raies caractéristiques qui vérifient la relation de Bragg correspondent aux plans réticulaires (III) le plus dense, (200), (220), (3II), (222).

La relation de Bragg s'écrit :

$$n\lambda = 2 d_{hkl} \sin(\theta)$$

$n$ : l'ordre de diffraction sur une famille de plan (hkl), en pratique on prend  $n=1$

$d_{hkl}$ : la distance entre deux plans consécutifs de la famille de plans (hkl)

$\theta$ : angle de réflexion

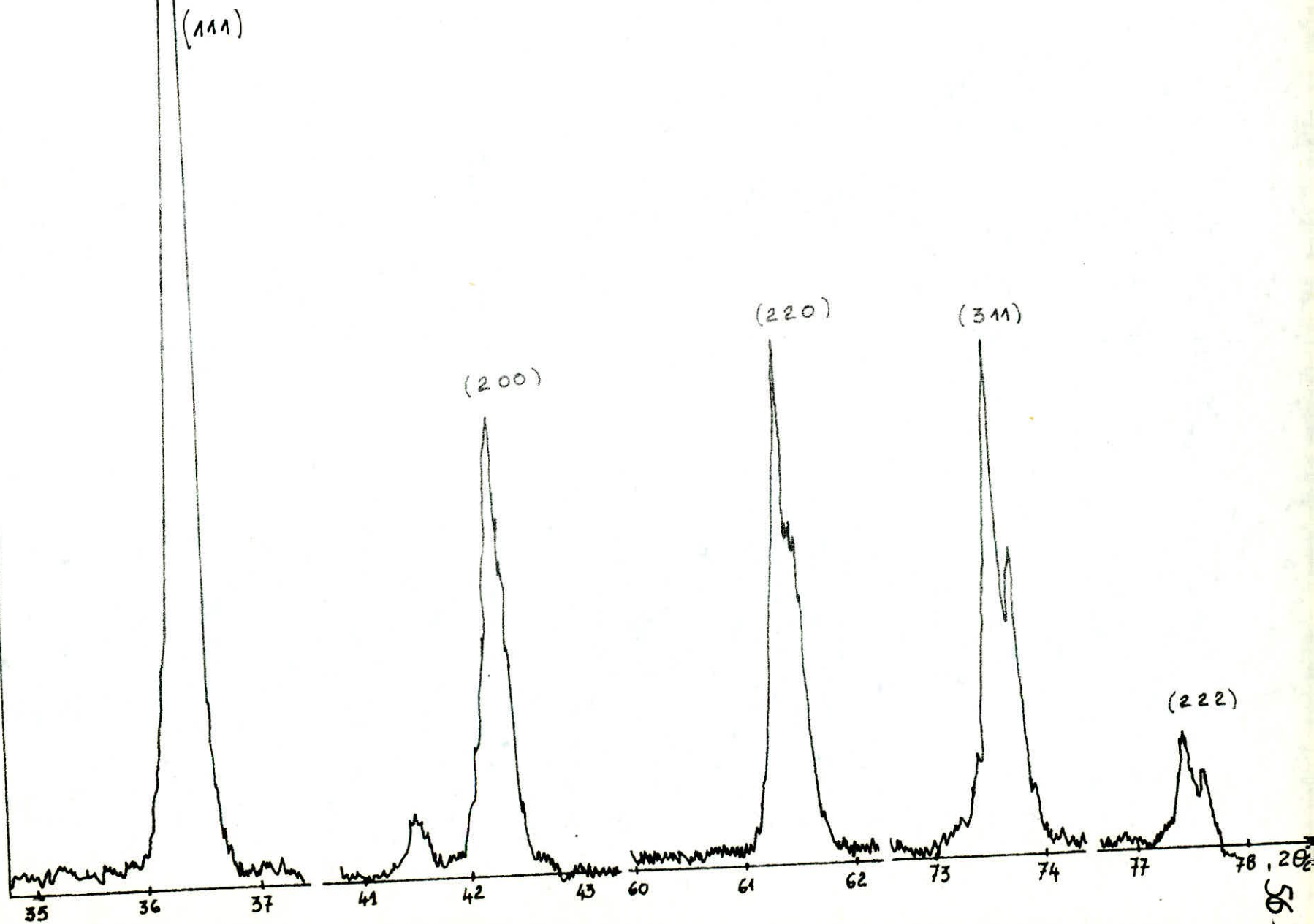
$\lambda$ : longueur d'onde du faisceau incident,  $\lambda = 1,790 \text{ \AA}$

Pour les systèmes cubiques le paramètre de maille cristalline  $a = d \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$ , le dépouillement est représenté par le tableau suivant :

$\theta$	$d$	(hkl)	$a(\text{Å})$
18,225	2,8617	III	4,9566
21,125	2,4833	200	4,9666
30,685	1,7538	220	4,9604
36,775	1,4949	3II	4,9580
38,725	1,4306	222	4,9557



H



$$a_{\text{moyen}} = 4,9594 \text{ \AA}$$

La fiche A.S.T.M donne  $a = 4,9506 \text{ \AA}$ , la différence est due à la pureté du plomb. Donc on peut estimer que la valeur est admissible et considérer qu'aucune distorsion particulière n'a lieu.

## 2- Densimétrie :

Les résultats sont plus ou moins bons en raison des conditions de manipulation. Je rapporte uniquement les résultats de l'alliage les plus reproductibles à savoir :

Pb-0,043%Cu-0,77%Sb

$$\text{densité expérimentale: } \rho = 11,27 \text{ g/cm}^3$$

densité théorique:

$$\text{\S d'insertion } \rho_i = 11,33 \text{ g/cm}^3$$

$$\text{avec } \rho_i = \frac{n}{\Omega \cdot N} \left( A_A + \frac{N_B}{N_A} A_B + \frac{N_C}{N_A} A_C \right)$$

$A_A$ : masse atomique des atomes de base (Pb)

$A_B$  et  $A_C$ : masse " " " " Etrangers (Cu et Sb)

$\Omega$ : volume de la maille

$N_A, N_B$  et  $N_C$ : composition de chacun des éléments

$n$ : nombre d'atomes par maille (4 dans le C.F.C)

$N$ : nombre d'avogadro  $6,023 \cdot 10^{23}$

$$\text{\S de substitution } \rho_s = 11,24 \text{ g/cm}^3$$

$$\text{avec } \rho_s = \frac{n}{\Omega \cdot N} (N_A A_A + N_B A_B + N_C A_C)$$

On voit immédiatement que la densité expérimentale se rapproche plus de celle de substitution que celle d'insertion pour de faibles additions. Il y a nécessairement formation de solutions solides de substitution.

## C O N C L U S I O N

oooooooooooooooooooo

Cette étude nous a permis de déduire plusieurs résultats dont l'importance est énorme dans l'industrie et particulièrement dans le gainage des câbles à base de plomb.

En effet de faibles additions des éléments, Cuivre, Antimoine, Etain et Cd dans le plomb modifient extrêmement les caractéristiques mécaniques et essentiellement celles de la résistance à la Traction dont la portée est très grande.

Chaque élément joue un rôle prépondérant :

- L'addition du Cuivre entraîne un durcissement insignifiant pour des teneurs inférieures à 0,06% Cu, compte tenu de son allongement remarquable (environ 60 à 65%) peut augmenter l'endurance d'un câble soumis à des essais de fatigue.
- Par contre l'addition de 0,4% d'Etain (Sn) présente une structure homogène et des grains réguliers.
- L'etain et l'antimoine (Sb) forment des solutions solides de substitution qui empêchent la recristallisation du plomb à la température ambiante. En outre leur addition est indispensable pour l'augmentation de la résistance à la traction. Ces 2 éléments additionnels susceptibles au vieillissement provoquent l'altération des gaines au cours du temps, d'où la nécessité de l'adjonction d'un élément stabilisant la structure tel que le Cuivre ou le Tellure.

Quant au Cadmium, il a un rôle analogue à celui de l'Etain mais pour des teneurs inférieures à 0,2%. Le Cadmium contribue à l'affinement du grain.

Les propriétés idéales d'un câble à plomb sont :

- 1- Matrice dure
- 2- Structure fine
- 3- Stabilité des joints de grains au cours du temps.

La 1er condition est réalisée par de faibles additions d'éléments solubles tel que l'Etain et l'Antimoine et même du Cadmium. La 2eme et 3eme condition imposent l'addition inférieure, à 0,06% de Cuivre et exclusivement de Tellure qu'on n'a pas tester.

Toutefois les alliages de plomb de grande dureté, relativement au plomb, peuvent être confrontés au problème d'extrusion dont les machines n'admettent que des alliages doux. On cite le plomb-antimonieux à 1% qui présente une dureté 3 à 4 fois celle du plomb d'où on a intérêt à limiter spécialement le dosage de l'Antimoine à moins de 1%

Après toutes ces remarques, il est difficile d'opter pour un de ces alliages. Mais à priori notre choix sera principalement orienté vers l'alliage  $Pb-0,4\% Sn + 0,18\% Cd$  de nomination C, qui présente une structure à grains fins homogène et améliore la résistance à la traction (environ 2 fois celle du plomb pure.

L'Etain et le Cadmium ne présentent ni problème de Ségrégation ni d'élaboration vu leurs bas point de fusion ainsi que leurs Solubilités totales pour une telle quantité d'addition.

Mais ce choix n'est pas définitif du fait que cet alliage n'a pas subi d'essai de fatigue, fluage et de vibrations. Ces derniers essais n'étant pas prévus dans cette étude.

Pour que cette étude soit bénéfique dans l'industrie du gainage il faut qu'elle soit complétée par les essais précités.

## B I B L I O G R A P H I E

- 1 - CHAUDRON . Monographies sur les métaux de haute pureté  
TOME III, P 653. Année 1977
- 2 - Encyclopedia of Chemical Technology . Vol: 12 , 905p
- 3 - HOFMAN (W) : Lead and Lead alloys . Properties  
and Technology - Traduction anglaise  
2eme Edition . 1962  
1970 Springer Verlag
- 4 - HISCOCK (S.A) : Lead and lead alloys for Cable Sheathing  
1961 Ernest Benn. L . Ed
- 5 - JAOUL . B : Etude de la plasticité et application aux  
Métaux - Ed-Dunod (1965)
- 6 - MC LEAN.D : Mechanical properties of Métaux  
Ed . Wiley (1962)
- 7 - Technique de l'ingenieur : M 550 Plomb et ses propriétés
- 8 - TREFILE - Revue : Mai - Juin 1973.
- 9 - JANUSZ - JEMIELELUSZI : La coulée des métaux non ferreux.  
Ed : NT VARSOVIE.

