(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

COURBEVOIE

(11) **N° de publication :** ***3 149 527***

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

(21) **N° d'enregistrement national :** **23 05740**

(51) Int Cl[8] : ***B 23 H 7/08*** *(2023.01), B 23 H 7/22*

(12) DEMANDE DE BREVET D'INVENTION A1

(22) **Date de dépôt :** 07.06.23.

(30) **Priorité :**

(43) **Date de mise à la disposition du public de la demande :** 13.12.24 Bulletin 24/50.

(56) **Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire :** *Se reporter à la fin du présent fascicule*

(60) **Références à d'autres documents nationaux apparentés :**

( ) **Demande(s) d'extension :**

(71) **Demandeur(s) :** *THERMOCOMPACT Société par actions simplifiée* — FR.

(72) **Inventeur(s) :** LY Michel.

(73) **Titulaire(s) :** THERMOCOMPACT Société par actions simplifiée.

(74) **Mandataire(s) :** INNOV-GROUP.

(54) Fil électrode.

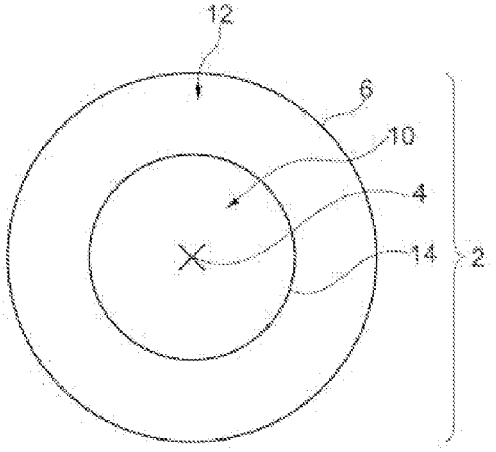
(57) Fil électrode

Fil électrode (2) apte à être utilisé en tant que fil électrode pour l'usinage par électroérosion, ce fil électrode comportant:

- une âme métallique (10) qui s'étend le long d'un axe longitudinal, et
- sur l'âme métallique, un revêtement (12) contenant une quantité d'oxyde de zinc supérieure à 0,5 g/m^2,

dans lequel l'oxyde de zinc est enrichi en chlore.

Fig. 1



FR 3 149 527 - A1

Description

Titre de l'invention : Fil électrode

[0001] L'invention concerne un fil électrode apte à être utilisé en tant que fil électrode pour l'usinage par électroérosion ainsi qu'un procédé de fabrication de ce fil électrode.

[0002] Les fils électrodes sont utilisés pour couper des métaux ou des matériaux conducteurs de l'électricité, par électroérosion, dans une machine d'usinage par électroérosion.

[0003] Le procédé bien connu d'usinage par électroérosion, ou étincelage érosif, permet d'enlever de la matière sur une pièce conductrice de l'électricité, en générant des étincelles dans une zone d'usinage entre la pièce à usiner et un fil électrode conducteur de l'électricité. Le fil électrode défile en continu au voisinage de la pièce dans le sens de la longueur du fil, tenu par des guidages, et il est déplacé progressivement dans le sens transversal en direction de la pièce, soit par translation transversale des guidages du fil, soit par translation de la pièce.

[0004] Un générateur électrique, connecté au fil électrode par des contacts électriques à l'écart de la zone d'usinage, établit une différence de potentiels appropriée entre le fil électrode et la pièce conductrice à usiner. La zone d'usinage entre le fil électrode et la pièce est plongée dans un fluide diélectrique approprié. La différence de potentiels provoque, entre le fil électrode et la pièce à usiner, l'apparition d'étincelles qui érodent progressivement la pièce et le fil électrode. Le défilement longitudinal du fil électrode permet de conserver en permanence un diamètre de fil suffisant pour éviter sa rupture dans la zone d'usinage. Le déplacement relatif du fil et de la pièce dans le sens transversal permet de découper la pièce ou de traiter sa surface, le cas échéant.

[0005] Les particules détachées du fil électrode et de la pièce par les étincelles se dispersent dans le fluide diélectrique, où elles sont évacuées.

[0006] L'obtention d'une précision d'usinage, notamment la réalisation de découpes d'angle à faible rayon, nécessite d'utiliser des fils de petit diamètre et supportant une grande charge mécanique à la rupture pour être tendus dans la zone d'usinage et limiter l'amplitude des vibrations.

[0007] La plupart des machines d'usinage par électroérosion modernes sont conçues pour utiliser des fils métalliques, généralement de 0,25 mm de diamètre, et de charge à la rupture comprise entre 700 N/mm^2 et 1 000 N/mm^2.

[0008] Lorsqu'une étincelle se produit entre le fil électrode et la pièce, la surface du fil électrode se trouve brusquement échauffée à une très haute température pendant une brève durée. Il en résulte que la matière de la couche superficielle du fil électrode, à l'endroit de l'étincelle, passe de l'état solide à l'état liquide ou gazeux, et se trouve déplacée à la surface du fil électrode et/ou évacuée dans le fluide diélectrique. On constate que la face extérieure du fil électrode atteinte par l'étincelle a été déformée,

prenant généralement une forme légèrement concave en cratère, avec des zones où la matière a été fondue et à nouveau solidifiée.

[0009] On a pu constater que l'efficacité des étincelles en ce qui concerne l'électroérosion dépend en grande partie de la nature et de la topographie de la couche superficielle du fil électrode. Pour cela, des progrès considérables d'efficacité d'électroérosion ont été obtenus en utilisant des fils électrodes comportant :

[0010] - une âme métallique en un ou plusieurs métaux ou alliages assurant une bonne conduction du courant électrique et une bonne résistance mécanique pour tenir la charge mécanique de tension du fil, et

[0011] - un revêtement en un ou plusieurs autres métaux ou alliages et/ou une topographie particulière, par exemple des fractures, assurant une meilleure efficacité de l'électroérosion, par exemple une plus grande vitesse d'érosion.

[0012] Par exemple, le brevet JPH026076 divulgue la réalisation d'une couche d'oxyde à la surface d'un fil électrode pour accélérer l'usinage.

[0013] L'invention vise à améliorer encore plus la vitesse d'usinage des fils électrodes comportant un revêtement contenant de l'oxyde et, en particulier, de l'oxyde de zinc.

[0014] L'invention a pour objet un fil électrode apte à être utilisé en tant que fil électrode pour l'usinage par électroérosion, ce fil électrode comportant :

[0015] - une âme métallique qui s'étend le long d'un axe longitudinal, et

[0016] - sur l'âme métallique, un revêtement contenant une quantité d'oxyde de zinc supérieure à 0,5 g/m²,

[0017] dans lequel l'oxyde de zinc est enrichi en chlore.

[0018] Les modes de réalisation de ce fil électrode peuvent comporter une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

[0019] 1) La composition de l'oxyde de zinc est $[Zn^{2+}, O^{2-}_{1-x}, Cl^{-}_{2x}]$, où x est une fraction molaire comprise entre 0,01 et 0,15.

[0020] 2)

[0021] - le revêtement comprend une couche fracturée comportant des blocs en alliage cuivre-zinc et des fractures qui séparent les blocs les uns des autres et des couches adjacentes, et

[0022] - la majorité des fractures sont au moins partiellement remplies de l'oxyde de zinc enrichi en chlore.

[0023] 3)

[0024] - le revêtement comprend une couche fracturée comportant des blocs en alliage cuivre-zinc et des fractures qui séparent les blocs les uns des autres, la composition de ces blocs étant différente de celle d'une couche adjacente située sous cette couche fracturée ou de l'âme métallique située immédiatement sous cette couche fracturée, et

[0025] - l'oxyde de zinc enrichi en chlore recouvre au moins 50 % de la surface des faces

des blocs tournées vers l'extérieur.

[0026] 4) La majorité des blocs en alliage cuivre-zinc sont des blocs en alliage cuivre-zinc en phase gamma.

[0027] 5) Le revêtement comprend une couche d'oxyde de zinc enrichi en chlore dont l'épaisseur moyenne est supérieure à 100 nm.

[0028] 6) L'épaisseur moyenne de la couche d'oxyde de zinc est inférieure à 522 nm.

[0029] 7)

[0030] - l'âme métallique est réalisée en un seul alliage cuivre-zinc, et

[0031] - la couche d'oxyde de zinc est directement formée sur la face périphérique de l'âme métallique.

[0032] L'invention a également pour objet un procédé de fabrication du fil électrode ci-dessus, ce procédé comportant les étapes suivantes :

[0033] - la fourniture d'un fil d'ébauche dont la périphérie extérieure contient du zinc ou un alliage de zinc, puis

[0034] - l'oxydation de la périphérie extérieure du fil d'ébauche pour former un revêtement contenant une quantité d'oxyde de zinc supérieure à 0,5 g/m^2,

[0035] dans lequel l'oxydation de la périphérie extérieure est réalisée en présence d'un composé chloré de sorte que l'oxyde de zinc obtenu à l'issue de l'étape d'oxydation est un oxyde de zinc enrichi en chlore.

[0036] Les modes de réalisation de ce procédé de fabrication peuvent comporter une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

[0037] 1) L'oxydation de la périphérie extérieure du fil d'ébauche est réalisée en soumettant le fil d'ébauche à un traitement thermique en présence d'oxygène et de chlore.

[0038] 2)

[0039] - la fourniture du fil d'ébauche comporte la fourniture d'un fil d'ébauche comportant une âme métallique en un seul alliage cuivre-zinc, et

[0040] - la température à laquelle est chauffé le fil d'ébauche lors du traitement thermique reste inférieure à 250°C.

[0041] L'invention a également pour objet un procédé de fabrication du fil électrode ci-dessus, ce procédé comportant les étapes suivantes :

[0042] - la fourniture d'un fil d'ébauche dont la périphérie extérieure contient du zinc ou un alliage de zinc, puis

[0043] - l'oxydation, en absence de composé chloré, de la périphérie extérieure du fil d'ébauche pour former un revêtement contenant une quantité d'oxyde de zinc supérieure à 0,5 g/m^2, cet oxyde de zinc étant dépourvu de chlore,

[0044] dans lequel, après l'étape d'oxydation, le procédé comporte une étape d'enrichissement de l'oxyde de zinc en chlore lors de laquelle l'oxyde de zinc dépourvu de chlore est mis en présence d'un composé chloré de manière à transformer

l'oxyde de zinc obtenu à l'issue de l'étape d'oxydation en un oxyde de zinc enrichi en chlore.

[0045] Ces procédés de fabrication peuvent comporter la caractéristique suivante :

[0046] - la fourniture du fil d'ébauche comporte la fourniture d'un fil d'ébauche comportant une couche fracturée en alliage cuivre-zinc dont la face extérieure forme la périphérie extérieure du fil d'ébauche,

[0047] - puis, une fois que l'oxyde de zinc enrichi en chlore a été obtenu sur la face extérieure de la couche fracturée, le procédé comporte le tréfilage du fil d'ébauche pour repousser le zinc enrichi en chlore à l'intérieur des fractures de la couche fracturée.

[0048] L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui va suivre, donnée uniquement à titre d'exemple non limitatif et faite en se référant aux dessins sur lesquels :

[0049] - la [Fig.1] est une illustration schématique de la section transversale d'un fil électrode,

[0050] - les figures 2, 3 et 4 sont des organigrammes, respectivement, d'un premier, d'un deuxième et d'un troisième procédés de fabrication du fil électrode de la [Fig.1],

[0051] - la [Fig.5] est une illustration schématique partielle d'une section transversale d'un autre fil électrode, et

[0052] - la [Fig.6] est un organigramme d'un procédé de fabrication du fil électrode de la [Fig.5].

[0053] Dans ces figures, les mêmes références sont utilisées pour désigner les mêmes éléments. Dans la suite de cette description, les caractéristiques et fonctions bien connues de l'homme du métier ne sont pas décrites en détails.

[0054] Par la suite, dans un chapitre I, les définitions de certains termes sont données. Dans un chapitre II, des exemples de modes de réalisation détaillés sont décrits en référence aux figures. Ensuite, dans un chapitre III, des variantes de ces modes de réalisation sont présentées. Enfin, dans un chapitre IV, les avantages des différents modes de réalisation sont décrits.

[0055] Chapitre I : Définitions et terminologie

[0056] L'expression « élément réalisé en matériau A » ou « élément en matériau A » désigne un élément dans lequel le matériau A représente au moins 70 %, en masse, de cet élément et de préférence, au moins 90 % ou 95 % en masse de cet élément.

[0057] Un "alliage cuivre-zinc" désigne un alliage formé uniquement de cuivre et de zinc aux impuretés inévitables près. Un alliage cuivre-zinc est également appelé « laiton ».

[0058] Une "phase" de l'alliage cuivre-zinc désigne une phase solide de l'alliage cuivre-zinc qui présente une structure cristallographique particulière. Plus précisément, les phases du système cuivre-zinc se distinguent les unes des autres par leur composition et par leur structure cristallographique particulière. Cette structure cristallographique par-

ticulière permet de distinguer une phase de l'alliage cuivre-zinc vis-à-vis d'un simple mélange de grains fins en cuivre et en zinc, lequel mélange aurait la même composition globale. Typiquement, des phases connues de l'alliage cuivre-zinc sont la phase alpha, la phase bêta, la phase gamma, la phase delta, la phase epsilon et la phase êta. La structure cristallographique particulière d'une phase est identifiable par différents moyens. Par exemple, les microphotographies optiques ou métallographie d'échantillons polis montrent des nuances de couleurs différentes pour chaque phase, pour peu que l'échantillon ait été attaqué convenablement. Ainsi, pour distinguer la phase gamma de la phase epsilon, une attaque au « Nital », qui est une solution de 3% d'acide nitrique dilué dans de l'éthanol, est réalisée. La phase gamma apparaît alors en gris lorsqu'elle est pauvre en zinc et en grisé avec des nuances de marron lorsqu'elle est riche en zinc. La phase epsilon apparaît en marron plus foncé. Il est aussi possible de distinguer la phase gamma de la phase epsilon, en observant l'échantillon sous un microscope électronique à balayage, en utilisant un détecteur d'électrons rétrodiffusés. Il est aussi possible d'identifier la phase d'un échantillon par diffraction de rayons X. Dans ce dernier cas, l'échantillon de fil est placé sous un faisceau incident de rayons X de longueur d'onde précise. On utilise par exemple la raie Kα du cuivre, de longueur d'onde moyenne 0,1541 nm. L'intensité des rayons diffractés est évaluée pour chaque angle de diffraction. La phase gamma a un spectre de diffraction X connu, et différent de celui des autres phases du système cuivre-zinc, et de l'oxyde de zinc ZnO qui se trouve souvent à la surface des fils. Si l'alliage cuivre-zinc n'est pas cristallisé sous la forme d'au moins une des phases alpha, bêta, gamma, delta, epsilon, ou êta, il est amorphe, et le spectre de diffraction des rayons X montre alors des bosses aplaties plutôt que de pics saillants. A une température donnée, les différentes phases de l'alliage cuivre-zinc correspondent chacune à une plage spécifique de concentration en zinc. L'étendue de chacune de ces plages spécifiques de concentration en zinc varie en fonction de la température.

[0059] La concentration d'un élément dans un échantillon peut être obtenue par microanalyse de composition et, en particulier, par spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (*energy-dispersive X-ray spectroscopy, EDS ou EDXS,* en anglais). Une microanalyse de composition est réalisée, avec un microscope électronique à balayage équipé d'une sonde de spectrométrie. Un faisceau d'électrons, accéléré par exemple dans un champ électrique de 20 kV, impacte la surface de l'échantillon et provoque une émission de rayon X. Ces rayons X ont un spectre d'énergie caractéristique de la composition de la surface de l'échantillon qui a été impactée par le faisceau d'électrons. Avec une sonde d'analyse spectrométrique par dispersion d'énergie (EDS) ou par sélection de longueur d'onde (WDS), le spectre des rayons X émis par la surface de l'échantillon est mesuré. Des algorithmes permettent

de sélectionner les éléments analysés (donc d'éliminer l'effet des impuretés), et de calculer la composition de l'échantillon impacté par le faisceau d'électrons, à partir des spectres mesurés. Il faut noter qu'en raison des interactions entre les rayons X et la matière, le volume analysé par EDS (ou WDS) est généralement d'environ un micromètre cube. A la frontière entre deux zones de compositions différentes, une concentration moyenne, qui n'existe en réalité dans aucune des deux zones, peut être mesurée. Afin d'éviter ce problème, les compositions indiquées sont mesurées dans des zones plus grandes que des cubes d'un micromètre de côté et à des endroits de cette zones analysées éloignés des frontières avec d'autres zones non-analysées.

[0060] L'expression "la concentration d'un élément à l'intérieur d'une zone est supérieure à X % atomiques" signifie que la concentration moyenne de cet élément à l'intérieur de cette zone est supérieure à X % atomiques. Une concentration moyenne est par exemple obtenue en mesurant la concentration de cet élément à différents endroits à l'intérieur de cette zone puis en moyennant ces mesures de concentration. Les endroits où les mesures sont réalisées sont situés à la fois aux endroits où la concentration a des chances d'être la plus faible, aux endroits où la concentration a des chances d'être proche de la moyenne, et aux endroits où la concentration a des chances d'être maximale. Pour cela, typiquement, les endroits où les mesures sont réalisées sont répartis le long d'un axe passant par l'axe du fil électrode.

[0061] L'expression « conducteur électrique » désigne un matériau dont la conductivité électrique, à 20 °C, est supérieure à 10^6 S/m et, de préférence, supérieure à 10^7 S/m.

[0062] L'axe longitudinal d'un fil est l'axe le long duquel s'étend principalement ce fil.

[0063] L'expression « section transversale » désigne une section du fil électrode perpendiculaire à son axe longitudinal.

[0064] L'expression « section longitudinale » désigne une section du fil électrode réalisée le long d'un plan qui contient son axe longitudinal.

[0065] L'expression « couche » désigne une couche annulaire du fil électrode qui est située, dans chaque coupe transversale du fil électrode, entre une limite circulaire intérieure et une limite circulaire extérieure. En réalité, ces limites ne sont pas des cercles parfaits. Toutefois, en première approximation, dans ce texte, ces limites sont assimilées à des cercles. Ces limites circulaires sont toutes les deux centrées sur l'axe du fil électrode. La limite circulaire intérieure est la limite de la couche qui est la plus proche de l'axe du fil électrode. A l'inverse, la limite circulaire extérieure est la limite de la couche qui est la plus éloignée de l'axe du fil électrode. Entre ces limites circulaires intérieure et extérieure, la composition chimique est sensiblement homogène. A l'inverse, au niveau des limites circulaires intérieure et extérieure, la composition chimique change brusquement. En particulier, le changement de composition lorsque ces limites circulaires sont franchies est bien plus grand que les légers changements de composition

qui peuvent être observés à l'intérieur d'une couche.

[0066] Une couche "uniforme" désigne une couche formée d'un matériau qui, dans une section transversale du fil, s'étend, autour de l'axe du fil et à l'intérieur de cette couche, continûment ou pratiquement continûment. Ainsi, une couche uniforme ne comporte pas une multitude de fractures qui la partitionne en une multitude de blocs séparés les uns des autres, dans une section longitudinale du fil, par ces très nombreuses fractures radiales. De très nombreuses fractures radiales désigne, sur une longueur de 1 mm du fil électrode, plus d'une dizaine de fractures radiales qui divisent la couche en question en une dizaine de blocs mécaniquement isolés les uns des autres, dans la section longitudinale, par ces fractures radiales.

[0067] Le terme "couche fracturée" désigne une couche qui comporte une multitude de fractures qui la partitionne en une multitude de blocs séparés les uns des autres, dans une section longitudinale du fil, par de très nombreuses fractures radiales. La composition de ces blocs est différente de celle de la couche adjacente située sous cette couche fracturée ou de l'âme métallique située immédiatement sous cette couche fracturée. La majorité des blocs d'une couche fracturée présente une longueur supérieure à l'épaisseur de la couche fracturée. Ici, la majorité des blocs d'une couche fracturée présente une longueur supérieure à 5 µm ou 10 µm. Dans ce texte, la longueur et la largeur d'un bloc, dans une section transversale, sont définies comme étant égales, respectivement, à la longueur et à la largeur du rectangle de plus petite surface qui contient entièrement ce bloc.

[0068] Une "fracture radiale" est une fracture qui s'étend principalement, à l'intérieur d'une section transversale du fil électrode, dans une direction radiale.

[0069] L'expression "couche superficielle" désigne la couche du fil électrode qui se trouve la plus à l'extérieur du fil électrode. Cette couche superficielle peut comporter à sa surface une fine pellicule composée de résidus tels que des résidus de lubrifiants de tréfilage. La face extérieure de cette couche superficielle est donc soit confondue avec la face extérieure du fil électrode en absence de la fine pellicule soit séparée de la face extérieure du fil électrode uniquement par cette fine pellicule.

[0070] L'expression « température ambiante » désigne une température comprise entre 15 °C et 35 °C et, typiquement, égale à 25 °C.

[0071] L'épaisseur moyenne e d'une couche superficielle d'oxyde de zinc est définie par la relation (1) suivante : $e = [m_i-m_f]/[\rho*\pi*d*L]$, où :

[0072] - m_i est la masse initiale d'un échantillon d'un fil comportant une couche superficielle d'oxyde de zinc,

[0073] - m_f est la masse du même échantillon de fil après avoir été plongé dans un bain qui dissout complètement la couche superficielle d'oxyde de zinc,

[0074] - ρ est la densité volumique de l'oxyde de zinc enrichi ou non en chlore, cette densité

ρ étant prise égale ici à 5600 kg/m³,

[0075] - π est le nombre pi,

[0076] - d est le diamètre initial de l'échantillon de fil avant d'être plongé dans le bain qui dissout complètement la couche d'oxyde,

[0077] - L est la longueur de l'échantillon de fil, et

[0078] - « * » est le symbole qui désigne la multiplication scalaire.

[0079] L'épaisseur moyenne e est, par exemple, mesurée selon le procédé suivant :

[0080] 1) Un échantillon de longueur L et de diamètre d de fil est prélevé puis enroulé sous la forme d'une couronne d'environ 5 cm de diamètre. La longueur L est par exemple égale à 12 m. Le diamètre d est souvent égal à 0,25 mm.

[0081] 2) L'échantillon est rincé à l'eau, puis séché et épousseté à l'aide d'un jet d'air comprimé.

[0082] 3) La masse initiale m_i de l'échantillon est mesurée à l'aide d'une balance de précision.

[0083] 4) L'échantillon est ensuite trempé pendant 20 à 30 secondes dans un bain aqueux agitée d'acide sulfurique entre 8% et 12% de concentration, dont la température est comprise entre 42°C et 48°C.

[0084] 5) L'échantillon est rincé à l'eau.

[0085] 6) L'échantillon est séché à l'aide d'un jet d'air comprimé.

[0086] 7) La masse finale m_f de l'échantillon est mesurée à l'aide d'une balance de précision.

[0087] 8) L'épaisseur moyenne e de l'échantillon est calculée à l'aide de la relation (1) précédente.

[0088] A défaut de précision contraire, dans la suite de ce texte, le terme « épaisseur de la couche d'oxyde de zinc» seul désigne l'épaisseur moyenne de cette couche d'oxyde de zinc.

[0089] La quantité moyenne q_{ZnO} d'oxyde de zinc contenu dans d'une couche superficielle est définie par la relation (2) suivante : $q_{ZnO} = [m_i-m_f]/[\pi*d*L]$. Les masses initiale m_i et finale m_f sont, par exemple, mesurées en mettant en œuvre le même procédé que celui décrit pour mesurer l'épaisseur e d'une couche superficielle d'oxyde de zinc. Par la suite, la quantité q_{ZnO} est exprimée en g/m². A défaut de précision contraire, dans la suite de ce texte, le terme « quantité d'oxyde de zinc» seul désigne la quantité moyenne d'oxyde de zinc calculée à l'aide de la relation (2).

[0090] La quantité moyenne q_{ZnCl2} de chlorure de zinc ($ZnCl_2$) déposé à la surface d'un fil après son trempage dans une solution aqueuse de ce sel est définie par la relation (3) suivante : $q_{ZnCl2} = [C/(1+C)]*[m_{fCl}-m_{iCl}]/[\pi*d*L]$, où :

[0091] - C est la concentration en chlorure de zinc de la solution aqueuse exprimée en kg/l, C étant égal à la masse de chlorure de zinc, exprimée en kg, dissoute dans un 1 litre

d'eau,

[0092] - m_{fCl} est la masse finale d'un échantillon d'un fil sur la surface duquel du chlorure de zinc a été déposé par trempage de ce fil dans une solution aqueuse de ce sel,

[0093] - m_{iCl} est la masse initiale du même échantillon de fil avant d'avoir été trempé dans la solution aqueuse de chlorure de zinc,

[0094] - π est le nombre pi,

[0095] - d est le diamètre initial de l'échantillon de fil avant d'être trempé dans la solution aqueuse de chlorure de zinc,

[0096] - L est la longueur de l'échantillon de fil.

[0097] La quantité moyenne q_{ZnCl2} est, par exemple, mesurée selon le procédé suivant :

[0098] 1) Un échantillon de longueur L et de diamètre d de fil est prélevé puis enroulé sous la forme d'une couronne d'environ 5 cm de diamètre. La longueur L est par exemple égale à 12 m.

[0099] 2) L'échantillon est rincé à l'eau, puis séché et épousseté à l'aide d'un jet d'air comprimé.

[0100] 3) La masse initiale m_{iCl} de l'échantillon est mesurée à l'aide d'une balance de précision.

[0101] 4) Le chlorure de zinc est ensuite déposé sur la surface de cet échantillon en le trempant dans une solution aqueuse de chlorure de zinc.

[0102] 5) L'échantillon est égoutté pour enlever les gouttes de solution qui restent accrochées à l'échantillon. Il n'est pas séché, car le chlorure de zinc est trop hygroscopique.

[0103] 6) La masse finale m_{fCl} de l'échantillon est mesurée à l'aide d'une balance de précision.

[0104] 8) La quantité moyenne q_{ZnCl2} est calculée à l'aide de la relation (3) précédente.

[0105] Par la suite, la quantité q_{ZnCl2} est exprimée en g/m². A défaut de précision contraire, dans la suite de ce texte, le terme « quantité de chlorure de zinc déposé sur un fil» seul désigne la quantité moyenne de chlorure de zinc calculée à l'aide de la relation (3).

[0106] <u>Chapitre II : Exemples de modes de réalisation</u>

[0107] La [Fig.1] représente un fil électrode 2 pour l'usinage par électroérosion tel que décrit dans la partie introductive de ce texte.

[0108] A cet effet, le fil électrode 2 présente une charge à la rupture supérieure à 400 N/mm² ou à 700 N/mm² et, généralement, inférieure à 1100 N/mm². Le fil 2 s'étend le long d'un axe 4 longitudinal. L'axe 4 est ici perpendiculaire au plan de la feuille. La longueur du fil 2 est supérieure à 1 m et, typiquement, supérieure à 10 m ou 50 m.

[0109] Le fil 2 présente une face extérieure 6 directement exposée aux étincelles lors de l'usinage d'une pièce par électroérosion à l'aide de ce fil. La face extérieure 6 est une face cylindrique qui s'étend le long de l'axe 4. La courbe directrice de la face 6 est

principalement un cercle centré sur l'axe 4. Ainsi, la section transversale du fil 2 est circulaire. Le diamètre extérieur D_2 du fil 2 est typiquement compris entre 50 µm et 1 mm et, le plus souvent, compris entre 70 µm et 400 µm. Ici, le diamètre D_2 est égal à 0,25 mm.

[0110] Dans ce mode de réalisation, le fil 2 comporte :

[0111] - une âme centrale 10 réalisée en matériau électriquement conducteur, et

[0112] - un revêtement 12 directement déposé sur l'âme 10.

[0113] L'âme 10 a pour fonction d'assurer, à elle seule, l'essentiel de la charge à la rupture du fil 2. Elle a également pour fonction d'assurer la conductivité électrique du fil 2. A cet effet, elle est réalisée en matériau électriquement conducteur. Typiquement, elle est réalisée en métal ou en alliage métallique.

[0114] L'âme 10 comporte une face périphérique 14 principalement cylindrique qui s'étend le long de l'axe 4. Cette face périphérique 14 est réalisée en alliage cuivre-zinc. A cet effet, dans cet exemple de réalisation, l'âme 10 est entièrement réalisée en un seul alliage cuivre-zinc. Par exemple, l'unique alliage cuivre-zinc de l'âme 10 est un alliage cuivre-zinc en phase α ou un alliage cuivre-zinc formé d'un mélange de phases α et β. En particulier, l'âme 10 ne comporte pas une partie centrale en alliage cuivre-zinc d'une phase donnée recouverte d'une couche en alliage cuivre-zinc dans une autre phase. Typiquement la concentration en zinc dans l'âme 10 est supérieure à 20 % atomique et, de préférence, supérieure ou égal à 36 % atomique ou 40 % atomique. Typiquement, la concentration en zinc de l'âme 10 est inférieure à 42 % atomique.

[0115] Le revêtement 12 est conçu pour accroître la vitesse d'usinage et donc le rendement érosif du fil électrode et/ou la qualité des faces de la pièce obtenue après l'usinage par électroérosion. La qualité d'une face découpée par électroérosion est d'autant meilleure que sa rugosité est faible.

[0116] A cet effet, le revêtement 12 contient de l'oxyde de zinc en quantité supérieure à 0,5 g/m² ou à 1 g/m². La quantité d'oxyde de zinc peut également être supérieure à 3 g/m² ou à 5 g/m² . Généralement, la quantité d'oxyde de zinc dans le revêtement 12 est inférieure à 100 g/m² ou à 50 g/m² et, le plus souvent, inférieure à 10 g/m².

[0117] Dans ce mode de réalisation, la couche 12 est essentiellement réalisée en oxyde de zinc. Toutefois, par endroit, la couche 12 peut être traversée par des pics de laiton. Ces pics de laiton forment des saillies sur la face périphérique 14 de l'âme 10 qui traversent la couche 12. Ces pics de laiton ne forment qu'un seul bloc de matière avec l'âme 10.

[0118] Plus précisément, l'oxyde de zinc contenu dans le revêtement 12 est de l'oxyde de zinc enrichi en chlore de formule $[Zn^{2+}, O^{2-}_{1-x}, Cl^{-}_{2x}]$, où x est une fraction molaire comprise entre 0,01 et 0,15. De préférence, la fraction molaire x est supérieure à 0,02 ou 0,03. Également, de préférence, la fraction molaire x est inférieure à 0,13.

[0119] Dans ce premier mode de réalisation, le revêtement 12 est formé d'une seule couche

d'oxyde de zinc. Ainsi, par la suite, la même référence numérique est utilisée pour désigner aussi bien le revêtement 12 que la couche d'oxyde de zinc. La couche 12 est la couche superficielle du fil électrode 2.

[0120] L'épaisseur moyenne de la couche 12 est très petite devant le diamètre D_2 du fil 2, c'est-à-dire inférieure à 0,5 % du diamètre D_2 et, de préférence, inférieure à 0,25 % du diamètre D_2.

[0121] L'épaisseur moyenne e_{12} de la couche 12 est comprise entre 100 nm et 522 nm et, de préférence, comprise entre 100 nm et 400 nm ou entre 100 nm et 300 nm.

[0122] Des analyses de composition réalisées grâce aux spectres XPS (« X-ray Photoectron Spectroscopy ») ont montré que l'oxyde de zinc de la couche 12 est composé, en pourcentages atomiques :

[0123] - de plus de 90 % de zinc, d'oxygène et de chlore, et

[0124] - le reste étant du cuivre et divers résidus de fabrication.

[0125] Lors de ces analyses de composition, la présence de carbone et de composés carbonés sur la surface de la couche 12 n'a pas été prise en compte. En effet, ce carbone provient du lubrifiant utilisé lors de l'étape de tréfilage du fil électrode. D'après les analyses réalisées, l'oxyde de zinc correspond à de la zincite.

[0126] Un premier procédé de fabrication du fil 2 va maintenant être décrit en référence à la [Fig.2].

[0127] Pour la mise en œuvre de ce procédé de fabrication, typiquement, l'épaisseur e_{12} souhaitée est d'abord choisie entre 100 nm et 522 nm. Par exemple, ici, l'épaisseur e_{12} est prise égale à 200 nm. Ensuite, la valeur d'un coefficient c_1 décrit plus loin est choisi entre 1,15 et 6. Par exemple, ici, le coefficient c_1 est choisi égal à deux. Enfin, un diamètre D_0 est choisi en fonction du coefficient c_1 précédemment choisi et du diamètre final D_2 souhaité et en respectant les contraintes énoncées dans le paragraphe suivant. A titre d'illustration, le diamètre final D_2 est pris égal à 0,25 mm.

[0128] Lors d'une étape 80, un fil d'ébauche en laiton est d'abord fourni. Le fil d'ébauche est un fil en laiton ayant un diamètre D_0 compris entre $1,15*D_2$ et $6*D_2$ et, de préférence, entre $2*D_2$ et $6*D_2$. Dans cet exemple, le diamètre D_2 est égal à 0,25 mm de sorte que le diamètre D_0 est compris entre 0,288 mm et 1,5 mm et, de préférence, compris entre 0,5 mm et 1,5 mm. Ici, le diamètre D_0 est pris égal à 0,5 mm.

[0129] La concentration en zinc de ce fil d'ébauche est choisie comme décrit précédemment dans le cas de l'âme 10. Ici la concentration en zinc du fil d'ébauche est de 40 % atomique. En effet, plus la concentration en zinc est élevée, plus les performances du fil 2 sont améliorées.

[0130] Dans ce mode de réalisation, le fil d'ébauche ayant le diamètre D_0 souhaité est obtenu par tréfilage d'un fil en laiton de diamètre D_{ini} standard jusqu'à obtenir le diamètre D_0 souhaité. Par exemple, le diamètre D_{ini} est égal à 1,25 mm.

[0131] Ensuite, lors d'une étape 82, le fil d'ébauche est oxydé pour obtenir un fil d'ébauche oxydé. Le fil d'ébauche oxydé comporte une couche d'oxyde de zinc directement sur sa face périphérique. Cette couche d'oxyde de zinc recouvre complètement la face périphérique du fil d'ébauche oxydé. A cet effet, lors de l'étape 82, le fil d'ébauche fourni est soumis à un traitement thermique en présence d'oxygène et de chlore. Ce traitement thermique est réalisé dans un milieu gazeux contenant de l'oxygène et à une pression supérieure à 50 kPa ou 100 kPa. Ici, ce traitement thermique est tout simplement réalisé dans l'atmosphère terrestre, c'est-à-dire dans un milieu gazeux comportant plus de 20 %, en volume, de dioxygène, à la pression ambiante d'environ 101 kPa.

[0132] Pour s'assurer de la présence de chlore lors du traitement thermique, avant le début de ce traitement thermique, le fil d'ébauche est trempé dans une solution aqueuse de chlorure de zinc dont la concentration en chlorure de zinc permet de déposer une quantité de chlorure de zinc sur la face extérieure du fil d'ébauche supérieure à 0,5 g/m² ou à 1 g/m². La quantité de chlorure de zinc déposée sur la face extérieure du fil d'ébauche est, de préférence, supérieure à 5 g/m² ou 10 g/m². Ici, la température de la solution aqueuse de chlorure de zinc est égale à la température ambiante et la concentration en chlorure de zinc dans la solution est égale à 250 g/l. Le fil d'ébauche est trempé dans cette solution pendant une durée supérieure à 1 s. Ici, la durée de trempage est comprise entre 1 s et 10 s et, de préférence, entre 3 s et 6 s. Pendant toute la durée de trempage, la solution est agitée pour assurer une concentration homogène en chlorure de zinc. Le fil de zinc défile à l'intérieur de la solution aqueuse de chlorure de zinc, par exemple, avec une vitesse égale à 2 m/s. Après avoir été trempé dans la solution de chlorure de zinc, le fil d'ébauche est égoutté pour supprimer les gouttes de solution qui pourraient subsister à sa surface et ainsi éviter des excès locaux de chlorure de zinc sur la face extérieure du fil d'ébauche. Dans ces conditions, la quantité de chlorure de zinc $ZnCl_2$ déposée sur la face extérieure du fil d'ébauche est d'environ 6 g/m².

[0133] Le fil d'ébauche enduit de chlorure de zinc est ensuite bobiné sur une bobine en acier puis la bobine en acier est placée dans un four, sous air et à pression ambiante, pour appliquer le traitement thermique. Ici, le four n'est pas étanche à l'air et l'air est brassé pendant toute la durée du traitement thermique.

[0134] Ici, ce traitement thermique est configuré pour générer une couche d'oxyde de zinc sur la face périphérique du fil d'ébauche dont l'épaisseur moyenne e_0 est comprise entre 115 nm et 600 nm. En effet, une épaisseur e_0 inférieure à 115 nm ne permet pas l'obtention d'une épaisseur e_{12} supérieure ou égale à 100 nm après l'étape 84 de tréfilage décrite plus loin. Par ailleurs, il a été observé qu'une épaisseur e_0 supérieure à 600 nm conduit à une couche d'oxyde de zinc qui n'adhère pas bien et qui est arrachée,

au moins par endroits, lors de l'étape 84 de tréfilage. Cet arrachage d'une partie de la couche d'oxyde de zinc lors de l'étape 84 de tréfilage constitue un gaspillage de matière qu'il convient d'éviter ou de limiter puisque l'oxyde de zinc arraché n'est pas utilisé dans le fil 2 fabriqué.

[0135] A l'intérieur de la plage [115 nm ; 600 nm], l'épaisseur e_0 est déterminée par expérimentations successives en testant plusieurs épaisseurs e_0 comprises dans cette plage jusqu'à trouver l'épaisseur e_0 qui, après le tréfilage, permet d'obtenir l'épaisseur e_{12} souhaitée d'oxyde de zinc. En particulier, pour déterminer l'épaisseur e_0, il doit être tenu compte que, même si l'épaisseur e_0 reste inférieure à 600 nm, une fraction de l'oxyde de zinc est arrachée lors de l'étape de tréfilage. Il a été évalué que, actuellement, cette fraction d'oxyde de zinc peut atteindre 45 % ou 30 %. Il est souligné qu'un telle fraction d'oxyde de zinc perdu lors du tréfilage, reste très inférieure à la fraction d'oxyde de zinc perdu si l'épaisseur e_0 était choisie supérieure à 600 nm ou 800 nm. En effet, pour une épaisseur e_0 supérieure à 600 nm ou 800 nm, la fraction d'oxyde de zinc perdu lors du tréfilage est supérieure à 60 % ou 75 %. Typiquement, les épaisseurs e_0 testées sont généralement choisies dans l'intervalle $[c_1*e_{12} ; Min(1,8*c_1*e_{12} ; 600)]$ et, de préférence, dans l'intervalle $[1,2*c_1*e_{12} ; Min(1,8*c_1*e_{12} ; 600)]$ et, encore plus souvent, dans l'intervalle $[1,35*c_1*e_{12} ; Min(1,7*c_1*e_{12} ; 600)]$, où :

[0136] - c_1 est égal au coefficient de réduction du diamètre du fil d'ébauche oxydé lors de l'étape 84 de tréfilage, et

[0137] - Min(a;b) est la fonction qui retourne la plus petite des valeurs a et b.

[0138] Le coefficient de réduction c_1 est défini comme étant égal au rapport D_0/D_2. Ainsi, lorsque l'épaisseur e_{12} est égale à 200 nm et que le coefficient c_1 est égal à deux, l'épaisseur e_0 qui permet d'obtenir l'épaisseur e_{12} souhaitée après le tréfilage est typiquement comprise entre 540 nm et 600 nm.

[0139] Les paramètres du traitement thermique à configurer sont l'évolution temporelle de la température T_{four} du four au cours du traitement thermique et la durée totale D_{four} de ce traitement thermique. Ici, pour simplifier l'ajustement des paramètres du traitement thermique, la température T_{four} est choisie constante pendant toute la durée D_{four}.

[0140] Dans la plage de températures T_{four} de 130°C à 260°C, la cinétique d'oxydation du laiton recouvert de chlorure de zinc dépend peu de la température. L'épaisseur e_0 de la couche d'oxyde de zinc dopée au chlore semble croître en fonction de la racine carrée du temps, selon la relation (4) suivante :

[0141] [Math.1]

$$e_0 = e_0^{ini} + \sqrt{2 * K * t}$$

,

[0142] où :

[0143] - $K = 2.68*10^{-19}$ m^2/s,

[0144] - t est le temps,

[0145] - e_0^{ini} est l'épaisseur e_0 à l'instant t=0,

[0146] - le symbole « * » désigne la multiplication scalaire.

[0147] A l'aide de la relation (4) il est possible d'estimer une valeur théorique D_{fourT} de la durée D_{four} pour obtenir une épaisseur e_0 donnée. Ensuite, plusieurs essais avec différentes valeurs de la durée D_{four} choisies autour de la valeur théorique D_{fourT} peuvent être nécessaires pour obtenir la valeur précise de la durée D_{four} qui permet d'obtenir exactement l'épaisseur e_0 souhaitée. Typiquement, la valeur de la durée D_{four} retenue à l'issue de ces essais est comprise dans l'intervalle $[0,8*D_{fourT} ; 1,2*D_{fourT}]$ ou dans l'intervalle $[0,9*D_{fourT} ; 1,1*D_{fourT}]$ ou encore dans l'intervalle $[0,95*D_{fourT} ; 1,05*D_{fourT}]$.

[0148] La durée D_{four} est avantageusement choisie supérieure à quatre heures ou six heures afin d'assurer que la température est bien homogène dans la bobine.

[0149] A l'issue de la durée D_{four}, la bobine de fil d'ébauche est retirée du four. A ce stade, le fil d'ébauche est recouvert d'une couche d'oxyde de zinc d'épaisseur e_0. Il est dès lors appelé « fil d'ébauche oxydé ». Après avoir été retirée du four, la bobine est refroidie. Pour cela, classiquement, la bobine est exposée à l'air ambiant pendant le temps nécessaire pour se refroidir jusqu'à la température ambiante. L'étape 82 est alors terminée.

[0150] Lors de l'étape 82, l'oxydation du zinc consomme le zinc présent dans le laiton. Ainsi, la concentration en zinc de l'âme en laiton du fil d'ébauche à proximité de la couche d'oxyde de zinc est généralement inférieure à celle de ce même laiton situé au niveau de l'axe 4.

[0151] Ensuite, lors d'une étape 84, le fil d'ébauche, oxydé et refroidi, est tréfilé à froid pour obtenir le fil 2. Par « à froid », on désigne le fait que l'étape de tréfilage 84 est réalisée sans chauffer le fil d'ébauche préalablement à la réduction de son diamètre. Lors de l'étape 84, le coefficient c_1 de réduction du diamètre permet d'amener le diamètre D_0 du fil d'ébauche au diamètre D_2 souhaité pour le fil 2, c'est-à-dire ici à un diamètre de 0,25 mm.

[0152] Ici, lors de l'étape 84, le fil d'ébauche oxydé est tréfilé dans les mêmes conditions que celles qui conviennent à un fil de laiton non oxydé. La réduction du diamètre est réalisée en faisant passer le fil d'ébauche oxydé successivement à travers plusieurs filières de diamètre décroissant de manière à réduire progressivement le diamètre du fil d'ébauche oxydé jusqu'à atteindre le diamètre D_2 souhaité. Par exemple, des filières avec des allongements compris entre 15 % à 22 % sont utilisées. Lors du tréfilage du fil d'ébauche oxydé, un lubrifiant hydrosoluble est utilisé. Par exemple, ici, le lu-

brifiant est une solution aqueuse contenant le lubrifiant hydrosoluble.

[0153] C'est ce tréfilage qui peut créer les pics de laiton qui traversent la couche 12.

[0154] Après l'étape 84, une fois le diamètre D_2 atteint, un recuit de détente en ligne est réalisé avant son bobinage. Ce recuit de détente permet de minimiser les contraintes résiduelles dans le fil 2 et donc d'obtenir un fil assez rectiligne, lorsqu'on en pend verticalement une longueur d'un mètre, accrochée à son extrémité supérieure. Cela facilite l'enfilage du fil électrode dans la machine d'usinage. Ce recuit de détente ne modifie pas la structure du fil 2 et affecte peu sa charge à la rupture. Typiquement, la température pour un recuit de détente est comprise entre 250°C et 450°C et sa durée est inférieure à un dixième de seconde.

[0155] Il est souligné que lors de l'étape 82, la température T_{four} est suffisamment faible pour que, sous l'effet du traitement thermique, le laiton ne se recristallise pas de sorte que la charge à la rupture du fil d'ébauche oxydé est supérieure à 700 N/mm². Le coefficient c_1 peut donc être aussi petit que souhaité. Par contre, pour augmenter la charge à la rupture du fil d'ébauche oxydé, le coefficient c_1 est choisi supérieur ou égal à 1,3 ou 1,6. Le coefficient c_1 doit aussi être de préférence inférieur à 6 pour que l'épaisseur e_0 reste inférieure à 600 nm lorsque l'épaisseur e_{12} est égale à 100 nm.

[0156] Pour montrer l'intérêt d'un fil électrode comportant une couche superficielle d'oxyde de zinc enrichi en chlore, les essais suivants ont été réalisés. Un travail d'usinage par électroérosion de référence a été défini. Il s'agit de la découpe d'un poinçon dans une pièce d'acier de 50 mm de hauteur avec des guidages situés à moins de 0,2 mm de la pièce. La découpe est réalisée sur une machine CUT200MS commercialisée par la société « GF Machining Solution ». Cette découpe est réalisée en trois passes d'usinage, avec une technologie adaptée au laiton. Lors de chaque passe, la vitesse de déplacement de la pièce par rapport au fil électrode a été adaptée pour découper le plus rapidement possible le poinçon avec le même état de surface final. Ici, cet état de surface final correspond à une rugosité Ra de 0,6 µm. Plus précisément, dans les essais réalisés, seules les vitesses de déplacement de la pièce par rapport au fil électrode des première et deuxième passes ont été adaptées en fonction du fil employé. La vitesse de déplacement de la pièce par rapport au fil électrode lors de la troisième passe est la même pour tous les essais réalisés.

[0157] En utilisant le procédé de fabrication de la [Fig.2], un premier fil a été fabriqué. Ensuite, un second fil a été fabriqué en mettant en œuvre exactement le même procédé de fabrication que celui utilisé pour obtenir le premier fil sauf que, lors de l'étape 82, le trempage du fil d'ébauche dans la solution de chlorure de zinc a été omis. Ainsi, le traitement thermique mis en œuvre pour fabriquer ce second fil est réalisé en absence de chlore. A cause de cela, l'épaisseur de la couche d'oxyde du second fil est différente de l'épaisseur e_{12} du premier fil.

[0158] Les temps d'usinages du poinçon en utilisant les premier et second fils 2 ont été mesurés. Les quantités d'oxyde de zinc des premier et second fils ont également été mesurées. Pour éliminer les variations de vitesse d'usinage qui pourraient s'expliquer simplement par le fait que l'épaisseur des couches d'oxyde de zinc des premier et second fils sont différentes, pour chaque fil, l'efficacité d'usinage E définie par la relation suivante a été calculée : $E = G/q_{ZnO}$, où G et q_{ZnO} sont, respectivement, le gain de temps mesuré et la quantité mesurée d'oxyde de zinc de ce fil. Le gain G de temps est calculé à l'aide de la relation suivante : $G = 1- (t_u/t_{ref})$, où :

[0159] - t_u est le temps d'usinage mesuré,

[0160] - t_{ref} est le temps d'usinage nécessaire pour réaliser le même usinage du même poinçon mais en utilisant un fil de laiton comportant 40 % atomiques de zinc et dépourvu de revêtement.

[0161] Il a été observé que l'efficacité d'usinage du premier fil est 1,64 fois supérieure à l'efficacité d'usinage du second fil. Cela indique donc que le premier fil usine plus vite qu'un fil identique mais dans lequel l'oxyde de zinc n'est pas enrichi en chlore.

[0162] La [Fig.3] représente un deuxième procédé de fabrication du fil 2. Le procédé de la [Fig.3] est identique au procédé de la [Fig.2] sauf que l'étape 80 et remplacée par une étape 90 et l'étape 84 de tréfilage final est omise.

[0163] L'étape 90 est identique à l'étape 80 sauf que le diamètre D_0 du fil d'ébauche en laiton fourni est égal à $D_2 - e_{12}$. Ensuite, lors de l'étape 82, l'épaisseur e_0 est choisie égale à l'épaisseur e_{12}. Ainsi, après l'étape 82, le fil 2 de diamètre D_2 est directement obtenu sans qu'il soit nécessaire pour cela de procéder à une étape de tréfilage pour réduire le diamètre du fil d'ébauche oxydé.

[0164] Dans ce deuxième procédé, la suppression de l'étape 84 est possible car lors de l'étape 82 d'oxydation la température du fil d'ébauche ne dépasse pas 250°C ou 200°C de sorte que même sans tréfilage final, la charge à la rupture reste supérieure à 700 N/mm². Avec ce second procédé de fabrication, puisqu'il n'y a pas de tréfilage final, l'épaisseur e_0 peut être choisie supérieure à 522 nm ou à 600 nm, ce qui permet de réaliser un fil 2 dont l'épaisseur e_{12} est supérieure à 522 nm ou à 600 nm.

[0165] La [Fig.4] représente un troisième procédé pour fabriquer le fil 2. Ce procédé est similaire aux procédés précédents sauf que l'oxydation du zinc et l'enrichissement en chlore ne sont pas réalisés en même temps.

[0166] Ce procédé débute par une étape 92 de fourniture d'un fil d'ébauche. Cette étape 92 est identique à l'étape 80 sauf que le diamètre D_0 est compris entre $1,3*D_2$ et $6*D_2$.

[0167] Ensuite, lors d'une étape 94, le fil d'ébauche est oxydé pour obtenir un fil d'ébauche oxydé. Cette étape 94 est identique à l'étape 82 sauf que le traitement thermique est réalisé en absence de chlore. Pour cela, le trempage du fil d'ébauche dans la solution aqueuse de chlorure de zinc est omise. A cause de l'absence de chlore, lors de l'étape

94, la vitesse d'oxydation du zinc est plus lente. Il a été estimé que les valeurs des paramètres k et Q de la relation (4) sont alors égaux, respectivement, à $2,418*10^{-7}$ m^2/s et 152 kJ/mol. Pour compenser cette vitesse d'oxydation plus lente tout en conservant une durée D_{four} acceptable, la température T_{four} est généralement choisie entre 400°C et 500°C.

[0168] A l'issue de l'étape 94, l'oxyde de zinc du fil d'ébauche oxydé n'est pas enrichi en chlore.

[0169] Une fois l'étape 94 terminée, le fil d'ébauche, oxydé et refroidi, est tréfilé au diamètre D_2 souhaité lors d'une étape 96. L'étape 96 est, par exemple, identique à l'étape 84.

[0170] Avant l'étape 96 ou après l'étape 96, lors d'une étape 98, l'oxyde de zinc est enrichi en chlore. Sur la [Fig.4], l'étape 98 est illustré dans le cas où elle est réalisée après l'étape 96. Dans tous les cas, cette étape 98 est réalisée après le traitement thermique, c'est-à-dire après que le fil d'ébauche oxydé a été refroidi à la température ambiante.

[0171] Lors de l'étape 98, l'oxyde de zinc fabriqué lors de l'étape 94, est mis en présence d'un composé chloré. Par exemple, le fil est trempé dans une solution contenant le composé chloré telle qu'une solution aqueuse de chlorure de zinc à la température ambiante. Le fil peut aussi être enfermé dans une enceinte contenant du chlore à l'état gazeux. Le temps de mise en présence de l'oxyde de zinc avec le composé chloré est choisi suffisamment long pour que des anions Cl^- aient le temps de remplacer des anions O^{2-} dans l'oxyde de zinc de composition initiale $[Zn^{2+}, O^{2-}]$ afin d'obtenir un oxyde de zinc enrichi en chlore de composition $[Zn^{2+}, O^{2-}_{1-x}, Cl^-_{2x}]$, où x est une fraction molaire comprise entre 0,01 et 0,15. L'étape 98 peut être réalisée à température ambiante. Elle peut aussi être réalisée à une température légèrement plus élevée, par exemple entre 100°C et 200°C, tout en restant à des températures inférieures à celles nécessaires pour faire recristalliser l'âme 10 du fil.

[0172] A titre d'exemple d'un composé chloré à l'état gazeux utilisable lors de cette étape 98, on peut citer le chlorure d'hydrogène (HCl) à température ambiante. Le chlorure d'hydrogène se trouve naturellement à l'état gazeux au-dessus d'une solution aqueuse d'acide chlorhydrique, concentré à environ 10%, à température ambiante. Ainsi, lors de l'étape 98, il est possible de placer une bobine du fil oxydé lors de l'étape 94 au-dessus d'une telle solution aqueuse d'acide chlorhydrique. Après 24 heures, l'oxyde de zinc de ce fil est suffisamment enrichi en chlore pour obtenir une vitesse d'usinage supérieure à celle d'un fil identique sauf qu'il n'a pas été exposé aux vapeurs d'acide chlorhydrique.

[0173] La [Fig.5] représente une partie de la section transversale d'un fil électrode 100. Ce fil 100 est identique au fil 2 sauf que le revêtement 12 est remplacé par un revêtement 102.

[0174] Le revêtement 102 comporte successivement en partant de l'âme 10 vers l'extérieur :

[0175] - une couche 104 d'alliage cuivre-zinc en phase bêta, et

[0176] - une couche fracturée superficielle106.

[0177] La couche 106 est formée de blocs 110 d'alliage cuivre-zinc séparés les uns des autres par des fractures 112 plus ou moins remplies d'oxyde de zinc. Sur la [Fig.5], les références numériques 110 et 112 pointent seulement, à titre d'illustration, vers quelques exemplaires de blocs et de fractures. La majorité, et typiquement, plus de 90 %, de ces blocs sont essentiellement en alliage cuivre-zinc en phase gamma Éventuellement, ces blocs en phase gamma comportent une fine couche en phase bêta sur leurs faces qui ont directement été exposées à l'oxygène durant l'étape 122, décrite plus loin, d'oxydation. Cette fine couche en phase bêta ne représente qu'une petite fraction du bloc en phase gamma. Par exemple, dans une coupe transversale ou longitudinale d'un bloc en phase gamma dont la longueur est supérieure à 5 µm, la fine couche en phase bêta représente moins de 20 % et, généralement, moins de 10 % de la surface de ce bloc dans cette section. Étant donné que, dans tous les cas, la proportion de phase bêta à l'intérieur d'un bloc en phase gamma est faible, l'expression « bloc en phase gamma » désigne aussi bien un bloc entièrement composé de laiton en phase gamma qu'un bloc essentiellement composé de laiton en phase gamma avec, à sa surface, une fine couche de laiton en phase bêta.

[0178] L'oxyde de zinc contenu dans la couche 106 est de l'oxyde de zinc enrichi en chlore identique à celui décrit précédemment.

[0179] Un procédé de fabrication du fil 100 est maintenant décrit en référence à la [Fig.6].

[0180] Lors d'une étape 120, un fil d'ébauche est fourni. Ici, ce fil d'ébauche est fabriqué en mettant en œuvre un procédé conforme à ce qui est décrit dans le brevet US8378247B2. Par exemple, un fil de laiton de diamètre 1,25 mm est d'abord fourni. La concentration du zinc dans ce fil est égale à 40 % atomique. Ensuite, le fil de laiton est d'abord zingué par voie électrolytique pour obtenir un fil de laiton zingué comportant à sa surface une couche de zinc de 13,4 µm d'épaisseur. Ce fil de laiton zingué est alors tréfilé pour obtenir un fil de laiton zingué dont le diamètre est égal à 0,512 mm et dont l'épaisseur du revêtement de zinc pur est de 5,5 µm. Ce fil est alors traité thermiquement pour former une couche d'alliage cuivre-zinc en phase bêta entourée d'une couche superficielle d'alliage cuivre-zinc en phase gamma. Par exemple, une bobine de ce fil de laiton zingué et tréfilé est placée dans un four initialement à la température ambiante. Ensuite, la température du four évolue temporellement comme suit :

[0181] - la température est élevée jusqu'à 300°C en suivant une rampe de 300°C/h, puis

[0182] - la température du four est maintenue égale à 300°C pendant trois heures, puis

[0183] - la température du four est élevée jusqu'à 330°C en suivant une rampe de 20°C/h,

puis

[0184] - la température du four est maintenue égale à 330°C pendant sept heures, puis

[0185] - la température du four est abaissée à 300°C en suivant une rampe de 30°C/h, puis

[0186] - la bobine est sortie du four et laissée à l'air ambiant pour se refroidir jusqu'à la température ambiante.

[0187] Dans ces conditions, les épaisseurs des couches en phase bêta et en phase gamma obtenues sont égales, respectivement, à 13 µm et à 6 µm. Une fine pellicule d'oxyde de zinc non-enrichi en chlore est également présente à la surface de la couche en phase gamma. L'épaisseur de cette fine pellicule d'oxyde de zinc est de 78 nm.

[0188] Ensuite, le fil traité thermiquement est tréfilé. Ce tréfilage provoque la fracturation de la couche superficielle en phase gamma tandis que la couche en phase bêta reste continue. Les fractures qui séparent les blocs en phase gamma débouchent à l'extérieur.

[0189] Ce fil d'ébauche ainsi fabriqué comporte successivement en allant de l'axe longitudinal vers l'extérieur :

[0190] - l'âme 10,

[0191] - la couche 104 en alliage cuivre-zinc en phase bêta,

[0192] - une couche fracturée similaire à la couche fracturée 106 avec des blocs en alliage cuivre-zinc en phase gamma et des fractures qui ne sont pas ou pratiquement pas remplies d'oxyde de zinc. De plus, si de l'oxyde de zinc est présent, à ce stade, cet oxyde de zinc n'est pas enrichi en chlore.

[0193] Ici, le fil traité thermiquement est tréfilé au diamètre de 0,355 mm. L'épaisseur de la couche 104 est alors de 9 µm, l'épaisseur de la couche fracturée est de 6 µm et l'épaisseur de la fine pellicule d'oxyde de zinc est de 52 nm.

[0194] A l'issue de l'étape 120, lors d'une étape 122, le fil d'ébauche est oxydé pour obtenir un fil d'ébauche oxydé. Pour cela, lors de l'étape 122, le fil d'ébauche fourni est soumis à un traitement thermique en présence d'oxygène et de chlore. Ici, l'étape 122 est réalisée en appliquant les enseignements donnés dans le cas particulier de l'étape 82 d'oxydation. Par exemple, après avoir été trempé pendant 10 s dans la solution aqueuse de chlorure de zinc, le fil d'ébauche est placé dans un four à 120°C pendant 24 h. Cette étape 122 d'oxydation consomme une partie du zinc présent à la surface des blocs en phase gamma ce qui provoque, dans certains cas, l'apparition de la fine couche en phase bêta sur certaines des faces de ces blocs en phase gamma .

[0195] A l'issue de l'étape 122, une couche d'oxyde de zinc enrichie en chlore recouvre la couche fracturée. Dans cet exemple, l'épaisseur de la couche d'oxyde de zinc enrichi en chlore est de 1200 nm.

[0196] Enfin, lors d'une étape 124, le fil oxydé obtenue à l'issue de l'étape 122 est tréfilé au diamètre final souhaité. L'étape 124 est réalisée dans les mêmes conditions que l'étape

84. Par exemple, le fil oxydé passe successivement dans quatre filières pour diminuer le diamètre du fil oxydé successivement à 0,324 mm, 0,296 mm, 0,270 mm et enfin 0,25 mm. A l'issue de l'étape 124, un recuit de détente, similaire ou identique à celui mis en œuvre après l'étape 84, est réalisé.

[0197] Lors du tréfilage final, une partie de l'oxyde de zinc qui se trouve à la surface du fil oxydé est repoussé à l'intérieur des fractures de la couche fracturée. Ainsi, à l'issue de l'étape 124, la majorité des fractures 112 entre les blocs 110 sont au moins partiellement remplies d'oxyde de zinc enrichi en chlore. La quantité d'oxyde de zinc contenue à l'intérieur des fractures 112 dépend de l'épaisseur de la couche d'oxyde de zinc fabriquée lors de l'étape 122. Plus l'épaisseur de la couche d'oxyde de zinc fabriquée lors de l'étape 122 est importante, plus les fractures 112 sont remplies d'oxyde de zinc enrichi en chlore. A l'issue de l'étape 124, une partie des faces extérieures des blocs 110 peut encore être recouverte d'une couche d'oxyde de zinc enrichi en chlore. Les faces extérieures des blocs 110 sont les faces de ces blocs tournées vers l'extérieur, c'est-à-dire du côté opposé à l'axe longitudinal du fil. Dans le cas particulier du procédé de fabrication détaillé ici, l'épaisseur de la couche d'oxyde de zinc enrichi en chlore obtenue après ce dernier tréfilage est égale à 500 nm.

[0198] La vitesse d'usinage du fil 100 a été comparée à la vitesse d'usinage d'un fil de référence fabriqué en mettant en œuvre le même procédé de fabrication sauf que le trempage dans la solution aqueuse de chlorure de zinc a été omis. Il a observé que la vitesse d'usinage du fil 100 est 1,1 fois supérieure à la vitesse d'usinage du fil de référence.

[0199] Chapitre III : Variantes :

[0200] Variantes du fil électrode :

[0201] L'âme métallique n'est pas nécessairement réalisée entièrement en laiton. Par exemple, en variante, l'âme métallique comporte seulement une couche superficielle en laiton. Cette couche superficielle en laiton a typiquement une épaisseur supérieure à 5 µm ou 10 µm. Le cœur de l'âme métallique est réalisé dans un autre matériau, tel que de l'acier, du cuivre ou un autre métal ou un autre alliage métallique.

[0202] La face extérieure du revêtement 12 ou 102 peut être recouverte d'une fine pellicule du lubrifiant utilisé lors de l'étape 84 ou 124 de tréfilage.

[0203] L'épaisseur de la couche d'oxyde 12 peut aussi être supérieure à 461 nm. Par exemple, l'épaisseur de la couche d'oxyde 12 peut être supérieure à 500 nm ou 600 nm.

[0204] Variantes des procédés de fabrication :

[0205] En variante, le fil d'ébauche fourni lors des étapes 80, 90 et 92 comporte une âme métallique, par exemple dépourvue de zinc, recouverte d'une couche superficielle de zinc. La couche superficielle de zinc est souvent déposée sur l'âme métallique par

électrolyse. Dans un tel cas, le bain d'électrolyse peut comporter un composé chloré de sorte qu'en sortie du bain d'électrolyse, des résidus de ce composé chloré peuvent subsister sur la face extérieure de la couche de zinc. Toutefois, sauf à prendre des mesures particulières, la quantité résiduelle de ce composé chloré issu du bain d'électrolyse est trop faible pour obtenir, après l'étape d'oxydation, de l'oxyde de zinc enrichi en chlore avec une fraction molaire x supérieure à 0,01. Ainsi, sauf à prendre des mesures particulières pour préserver, sur la face extérieure de la couche de zinc, une quantité substantielle du composé chloré issu du bain d'électrolyse, le trempage dans la solution aqueuse de chlorure de zinc ne peut pas être omis dans ce cas.

[0206] En variante, si le fil d'ébauche ayant le diamètre D_0 souhaité est disponible dans le commerce, lors de l'étape 80, il n'est pas procédé à son tréfilage avant d'exécuter l'étape 82.

[0207] D'autres modes de réalisation de l'étape 82 ou 122 d'oxydation sont possibles. Par exemple, de très nombreuses autres solutions contenant un composé chloré peuvent être utilisées pour remplacer la solution aqueuse de chlorure de zinc. Par exemple, une solution d'acide chlorhydrique ou une solution contenant de l'eau de Javel convient aussi. Une solution contenant du NaCl peut aussi convenir.

[0208] Dans une autre variante, le chlore est déposé sur le fil à traiter non pas en le faisant tremper dans une solution liquide contenant un composant chloré mais en le mettant en contact avec un gaz contenant un composé chloré comme le dichlore (Cl_2).

[0209] En variante, au lieu de placer une bobine entière du fil d'ébauche dans un four, le fil d'ébauche est déroulé puis il traverse un tunnel chauffant puis il est à nouveau enroulé sur une bobine à la sortie de ce tunnel. A l'intérieur du tunnel, la température est égale à la température T_{four}. Ainsi, dans cette variante, le fil d'ébauche est chauffé à la température T_{four} portion après portion. Dès lors le problème du temps nécessaire pour obtenir une température uniforme au sein d'une bobine entière du fil d'ébauche ne se pose pas. Dans ce cas, il est possible d'utiliser une température T_{four} plus élevée et une durée D_{four} très courte. Par exemple, lorsqu'un tunnel chauffant est utilisé, la valeur de la température T_{four} peut être supérieure à 300°C ou 400°C. La vitesse de défilement du fil d'ébauche à l'intérieur du tunnel est alors réglée pour que la durée D_{four}, pendant laquelle une portion du fil d'ébauche reste à l'intérieur du tunnel, permette d'obtenir l'épaisseur e_0 souhaitée.

[0210] Pour obtenir une épaisseur e_{12} supérieure à 522 nm, même dans le contexte du procédé de la [Fig.2], l'épaisseur e_0 peut être choisie supérieure à 600 nm ou 800 nm.

[0211] L'étape 82 d'oxydation peut aussi être réalisée dans un autre milieu que l'atmosphère terrestre. Par exemple, l'étape 82 peut aussi être réalisée dans un milieu contenant plus de 20 % ou 30 %, en volume, de dioxygène ou, au contraire, appauvri en oxygène mais avec une quantité résiduelle d'oxygène suffisante pour oxyder le fil d'ébauche.

[0212] Dans une autre variante de l'étape 82, la température T_{four} varie pendant la durée D_{four}. Par exemple, la température T_{four} croît continûment pendant la durée D_{four}. Par exemple, le procédé de fabrication est le suivant : un fil de laiton à 60% de cuivre et 40% de zinc, de 1,25 mm de diamètre à l'état recuit est fourni puis tréfilé au diamètre de 0,464 mm. Le fil de diamètre égal à 0,464 mm est alors trempé au défilé dans une solution aqueuse de chlorure de zinc à 252 g/l et à 20°C (+/- 5°C), pendant une durée de 5 secondes. Après avoir été trempé dans la solution aqueuse de chlorure de zinc, le fil est enroulé sur une bobine en acier et placé dans un four sous air à pression atmosphérique. La température T_{four} est alors progressivement augmentée de 20°C à 260°C à raison de 10°C par heure. La durée D_{four} est donc de 24 heures. Après la durée D_{four}, le fil est retiré du four et laissé dans l'air à température ambiante pour se refroidir. Il est alors tréfilé au diamètre de 0,25 mm en utilisant des filières d'allongements compris entre 15% et 22% et un lubrifiant consistant en une émulsion d'huile dans l'eau à une température comprise entre 20°C et 80°C. Enfin, il subit un recuit de détente. La charge à la rupture du fil ainsi obtenu est supérieure à 900 N/mm².

[0213] Lors de l'étape 120, les blocs du fil d'ébauche fourni peuvent être en phase gamma et en phase epsilon. Pour cela, lors de la fabrication du fil d'ébauche, la température du traitement thermique qui a permis de former les couches en phase bêta et gamma est abaissée pour former, à la place, une superposition d'une couche en phase gamma et d'une couche en phase epsilon. Par exemple, pour cela, la température du traitement thermique est abaissée entre 130°C et 160°C. L'épaisseur de la couche en phase epsilon est suffisamment faible pour que, lors du tréfilage, la couche en phase epsilon se fracture en même temps que la couche en phase gamma de sorte que le fil fourni comporte une couche fracturée comportant essentiellement des blocs en phase gamma et en phase epsilon au lieu de comporter seulement des blocs en phase gamma.

[0214] Lors de l'étape 120, les blocs du fil d'ébauche peuvent aussi être des blocs en phase bêta. Par exemple, pour cela un fil d'ébauche contenant des blocs en phase gamma est d'abord fabriqué puis un traitement thermique est appliqué pour transformer les blocs en phase gamma en blocs en phase bêta. Un tel procédé de fabrication d'un fil contenant essentiellement des blocs en phase bêta est décrit dans la demande US2022212277A1.

[0215] Dans une autre variante, l'étape 124 est omise. Dans ce cas, plus de 50 % ou 70 % ou 90 % de la surface des faces extérieures des blocs 110 de la couche fracturée est recouverte d'une couche d'oxyde enrichie en chlore. Par contre, les fractures ne sont pas nécessairement remplies d'oxyde de zinc enrichi en chlore.

[0216] Le refroidissement du fil d'ébauche oxydé peut aussi être réalisé différemment. Par exemple, le four est éteint et la bobine est laissée à l'intérieur du four jusqu'à qu'elle atteigne la température ambiante.

[0217] Dans un mode de réalisation simplifié, le recuit de détente est omis.

[0218] Plusieurs des variantes décrites ci-dessus peuvent être combinées dans un même mode de réalisation.

[0219] Chapitre IV : Avantages des modes de réalisation décrits :

[0220] Le fait que le revêtement comporte de l'oxyde de zinc enrichi en chlore améliore la vitesse d'usinage par rapport à un fil identique ou pratiquement identique mais dans lequel l'oxyde de zinc n'est pas enrichi en chlore.

[0221] Le fait que l'oxyde de zinc enrichie en chlore soit principalement situé à l'intérieur des fractures d'une couche fracturée permet à la fois d'améliorer la vitesse d'usinage tout en améliorant aussi le contact électrique entre ce fil et les électrodes utilisées lors de l'usinage d'une pièce avec ce fil.

[0222] Le fait que l'épaisseur de la couche d'oxyde soit supérieure à 100 nm améliore la vitesse d'usinage et permet, notamment, d'obtenir des vitesses d'usinage égales ou supérieures à celle d'un fil électrode comportant un revêtement fracturé en alliage cuivre-zinc en phase gamma comme celui décrit dans US8378247B2.

[0223] Le fait que l'épaisseur de la couche d'oxyde de zinc soit inférieure à 522 nm, permet de fabriquer cette couche de zinc sur un fil d'ébauche puis de le tréfiler au diamètre final D_2 sans perte d'oxyde de zinc lors de ce tréfilage.

[0224] Le fait que la couche d'oxyde de zinc soit directement formée sur la face périphérique de l'âme métallique rend possible la fabrication de cette couche d'oxyde de zinc par simple oxydation de la face périphérique en laiton d'un fil d'ébauche. Ainsi, il n'est pas nécessaire de déposer sur la face périphérique du fil d'ébauche une couche en zinc comme, par exemple, dans le cas de la fabrication d'un fil conforme à l'enseignement donné dans le brevet US8378247B2. En particulier, il est souligné que le dépôt, par électrodéposition, d'une couche de zinc sur un fil d'ébauche consomme beaucoup plus d'énergie que l'étape de traitement thermique. Ainsi, le fil électrode dans lequel la couche d'oxyde est directement formée sur l'âme en laiton peut être fabriqué par des procédés plus simples et plus économiques.

[0225] Le fait de réaliser l'oxydation du zinc en présence de chlore permet d'obtenir un oxyde de zinc enrichi en chlore qui augmente la vitesse d'usinage du fil électrode fabriqué.

[0226] La présence de chlore lors du traitement thermique mis en œuvre pour oxyder le zinc permet aussi d'accélérer la réaction d'oxydation. Ainsi, la durée du traitement thermique est plus courte et/ou la température du traitement thermique est plus petite que, respectivement, la durée et/ou la température nécessaire pour obtenir la même quantité d'oxyde de zinc mais en absence de chlore. Dès lors, la présence de chlore lors de l'oxydation permet d'accélérer le procédé de fabrication et/ou de réduire la température du traitement thermique.

[0227] Le fait d'obtenir la quantité d'oxyde de zinc souhaitée à l'aide d'un traitement thermique qui ne dépasse pas 250°C permet de ne pas dégrader la charge à la rupture du fil lors de la mise en œuvre de ce traitement thermique. Ainsi, il n'est plus nécessaire de faire subir au fil d'ébauche oxydé obtenu à l'issue de ce traitement thermique, une étape supplémentaire de tréfilage avec un coefficient c_1 important pour lui conférer une charge à la rupture acceptable. De plus, un tel procédé permet de fabriquer simplement et efficacement un fil électrode dont l'épaisseur e_{12} de la couche d'oxyde est supérieure à 522 nm ou 600 nm.

[0228] Le fait d'oxyder le zinc d'abord en absence de chlore puis ensuite de transformer cet oxyde de zinc non-enrichi en chlore en oxyde de zinc enrichi en chlore permet de réaliser l'enrichissement en chlore en chauffant très peu ou sans chauffer, c'est-à-dire, par exemple, à température ambiante.

Revendications

[Revendication 1] Fil électrode (2 ; 100) apte à être utilisé en tant que fil électrode pour l'usinage par électroérosion, ce fil électrode comportant :
- une âme métallique (10) qui s'étend le long d'un axe longitudinal, et
- sur l'âme métallique, un revêtement (12 ; 102) contenant une quantité d'oxyde de zinc supérieure à 0,5 g/m²,
caractérisé en ce que l'oxyde de zinc est enrichi en chlore.

[Revendication 2] Fil électrode selon la revendication 1, dans lequel la composition de l'oxyde de zinc est $[Zn^{2+}, O^{2-}_{1-x}, Cl^{-}_{2x}]$, où x est une fraction molaire comprise entre 0,01 et 0,15.

[Revendication 3] Fil électrode selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel :
- le revêtement comprend une couche fracturée (106) comportant des blocs (110) en alliage cuivre-zinc et des fractures (112) qui séparent les blocs les uns des autres et des couches adjacentes, et
- la majorité des fractures (112) sont au moins partiellement remplies de l'oxyde de zinc enrichi en chlore.

[Revendication 4] Fil électrode selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel :
- le revêtement comprend une couche fracturée comportant des blocs (110) en alliage cuivre-zinc et des fractures (112) qui séparent les blocs les uns des autres, la composition de ces blocs étant différente de celle d'une couche adjacente située sous cette couche fracturée ou de l'âme métallique située immédiatement sous cette couche fracturée, et
- l'oxyde de zinc enrichi en chlore recouvre au moins 50 % de la surface des faces des blocs tournées vers l'extérieur.

[Revendication 5] Fil électrode selon la revendication 3 ou 4, dans lequel la majorité des blocs en alliage cuivre-zinc sont des blocs (110) en alliage cuivre-zinc en phase gamma

[Revendication 6] Fil électrode conforme à l'une quelconque des revendications 1 à 2, dans lequel le revêtement (12) comprend une couche d'oxyde de zinc enrichi en chlore dont l'épaisseur moyenne est supérieure à 100 nm.

[Revendication 7] Fil électrode conforme à la revendication 6, dans lequel l'épaisseur moyenne de la couche (12) d'oxyde de zinc est inférieure à 522 nm.

[Revendication 8] Fil électrode conforme à l'une quelconque des revendications 6 à 7, dans lequel :
- l'âme métallique (10) est réalisée en un seul alliage cuivre-zinc, et

- la couche (12) d'oxyde de zinc est directement formée sur la face périphérique de l'âme métallique.

[Revendication 9] Procédé de fabrication d'un fil électrode conforme à l'une quelconque des revendications précédentes, ce procédé comportant les étapes suivantes :
- la fourniture (80 ; 90 ; 120) d'un fil d'ébauche dont la périphérie extérieure contient du zinc ou un alliage de zinc, puis
- l'oxydation (82 ; 122) de la périphérie extérieure du fil d'ébauche pour former un revêtement contenant une quantité d'oxyde de zinc supérieure à 0,5 g/m^2,
caractérisé en ce que l'oxydation (82 ; 122) de la périphérie extérieure est réalisée en présence d'un composé chloré de sorte que l'oxyde de zinc obtenu à l'issue de l'étape d'oxydation est un oxyde de zinc enrichi en chlore.

[Revendication 10] Procédé selon la revendication 9, dans lequel l'oxydation (82 ; 122) de la périphérie extérieure du fil d'ébauche est réalisée en soumettant le fil d'ébauche à un traitement thermique en présence d'oxygène et de chlore.

[Revendication 11] Procédé selon la revendication 10, dans lequel :
- la fourniture (80 ; 90) du fil d'ébauche comporte la fourniture d'un fil d'ébauche comportant une âme métallique en un seul alliage cuivre-zinc, et
- la température à laquelle est chauffé le fil d'ébauche lors du traitement thermique reste inférieure à 250°C.

[Revendication 12] Procédé de fabrication d'un fil électrode conforme à l'une quelconque des revendications 1 à 8, ce procédé comportant les étapes suivantes :
- la fourniture (92) d'un fil d'ébauche dont la périphérie extérieure contient du zinc ou un alliage de zinc, puis
- l'oxydation (94), en absence de composé chloré, de la périphérie extérieure du fil d'ébauche pour former un revêtement contenant une quantité d'oxyde de zinc supérieure à 0,5 g/m^2, cet oxyde de zinc étant dépourvu de chlore,
caractérisé en ce que, après l'étape d'oxydation, le procédé comporte une étape (98) d'enrichissement de l'oxyde de zinc en chlore lors de laquelle l'oxyde de zinc dépourvu de chlore est mis en présence d'un composé chloré de manière à transformer l'oxyde de zinc obtenu à l'issue de l'étape d'oxydation en un oxyde de zinc enrichi en chlore.

[Revendication 13] Procédé selon l'une quelconque des revendications 9 à 12, dans lequel :

- la fourniture (120) du fil d'ébauche comporte la fourniture d'un fil d'ébauche comportant une couche fracturée en alliage cuivre-zinc dont la face extérieure forme la périphérie extérieure du fil d'ébauche,
- puis, une fois que l'oxyde de zinc enrichi en chlore a été obtenu sur la face extérieure de la couche fracturée, le procédé comporte le tréfilage (124) du fil d'ébauche pour repousser le zinc enrichi en chlore à l'intérieur des fractures de la couche fracturée.

[Fig. 1]

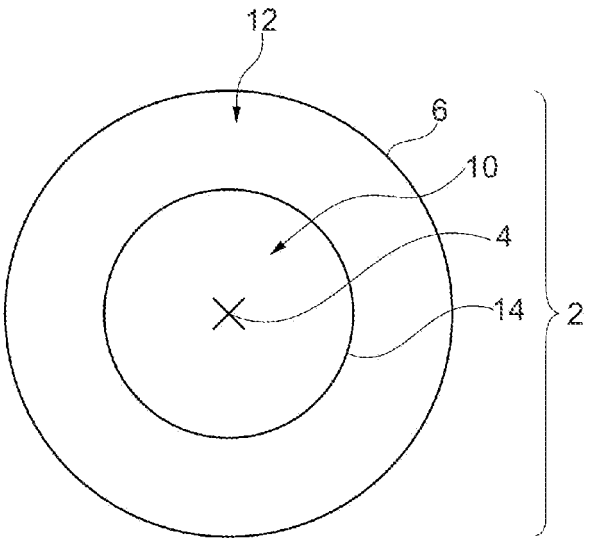


Fig. 1

[Fig. 2]

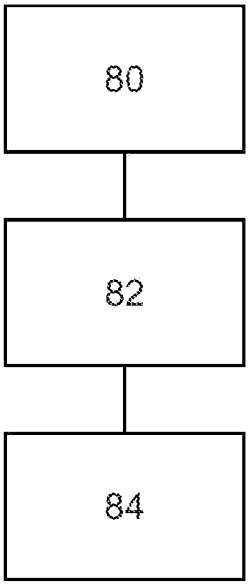


Fig. 2

[Fig. 3]

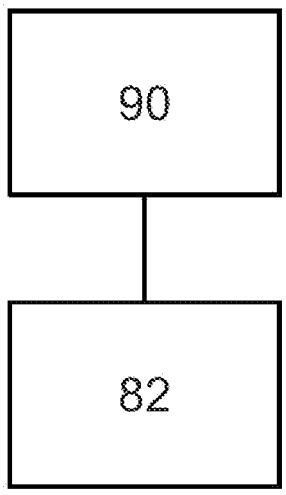


Fig. 3

[Fig. 4]

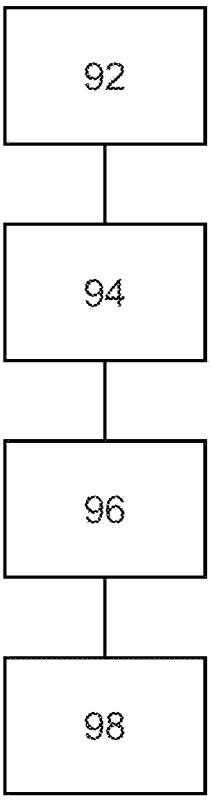


Fig. 4

[Fig. 5]

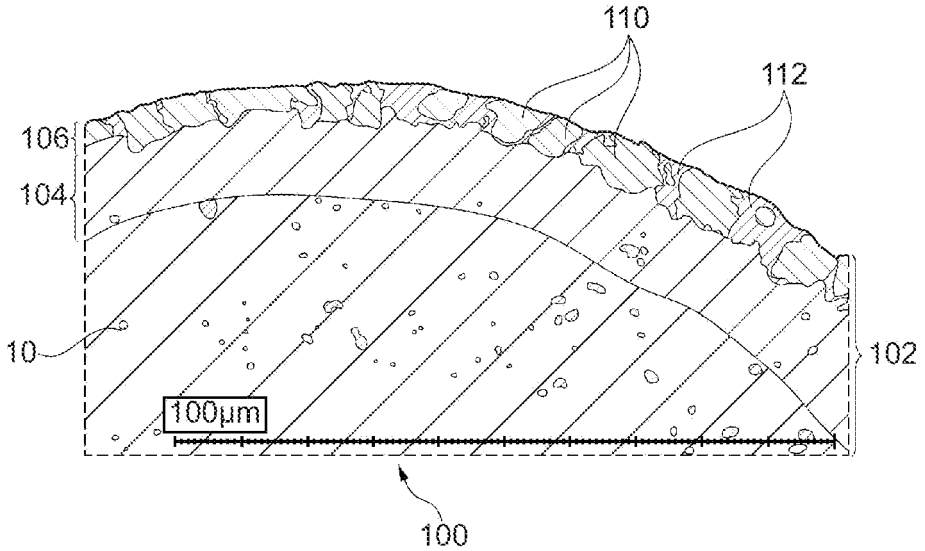


Fig. 5

[Fig. 6]

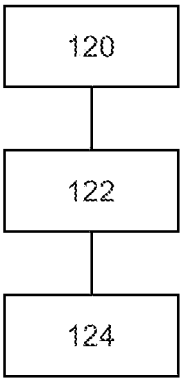


Fig. 6

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement national

FA 920149
FR 2305740

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A,D	US 8 378 247 B2 (THERMOCOMPACT SA [FR]; BLANC PATRICK [FR] ET AL.) 19 février 2013 (2013-02-19) * le document en entier * -----	1-13	B23H 7/08 B23H 7/22
A,D	US 2022/212277 A1 (NÖTHE TOBIAS [DE] ET AL) 7 juillet 2022 (2022-07-07) * le document en entier * -----	1-13	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			B23H

Date d'achèvement de la recherche: 18 décembre 2023

Examinateur: Jaeger, Hein

CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS

X : particulièrement pertinent à lui seul
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie
A : arrière-plan technologique
O : divulgation non-écrite
P : document intercalaire

T : théorie ou principe à la base de l'invention
E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.
D : cité dans la demande
L : cité pour d'autres raisons
.....
& : membre de la même famille, document correspondant

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2305740 FA 920149

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **18-12-2023**
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 8378247 B2	19-02-2013	AT E541662 T1	15-02-2012
		BR PI0608215 A2	24-11-2009
		DE 06709289 T1	28-08-2008
		EP 1846189 A1	24-10-2007
		ES 2380486 T3	14-05-2012
		FR 2881974 A1	18-08-2006
		JP 5069134 B2	07-11-2012
		JP 2008535668 A	04-09-2008
		KR 20070100424 A	10-10-2007
		KR 20140015595 A	06-02-2014
		PL 1846189 T3	29-06-2012
		TW I391197 B	01-04-2013
		US 2008061038 A1	13-03-2008
		WO 2006085006 A1	17-08-2006
US 2022212277 A1	07-07-2022	CA 3137406 A1	19-11-2020
		CN 113811415 A	17-12-2021
		EP 3924129 A1	22-12-2021
		JP 2022531909 A	12-07-2022
		KR 20220019693 A	17-02-2022
		US 2022212277 A1	07-07-2022
		WO 2020229365 A1	19-11-2020

EPO FORM P0465