



**HAL**  
open science

## **Influence de la trempe et du martelage sur la microstructure et les propriétés mécaniques et acoustiques de gongs et cymbales en bronze**

César Delomosne, David Roze, Benoît Mille, Marguerite Jossic, Emilie Bérard, René Causse, Thierry Baudin, Clotilde Berdin, Victor Etgens

### ► **To cite this version:**

César Delomosne, David Roze, Benoît Mille, Marguerite Jossic, Emilie Bérard, et al.. Influence de la trempe et du martelage sur la microstructure et les propriétés mécaniques et acoustiques de gongs et cymbales en bronze. 26e Congrès Français de Mécanique, Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3 - UMR CNRS 7239), Aug 2025, Metz, France. <hal-05313024>

**HAL Id: hal-05313024**

**<https://hal.science/hal-05313024v1>**

Submitted on 14 Oct 2025

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire HAL, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



HAL Authorization

# Influence de la trempe et du martelage sur la microstructure et les propriétés mécaniques et acoustiques de gongs et cymbales en bronze

C. Delomosne<sup>1</sup>, D. Roze<sup>2</sup>, B. Mille<sup>1</sup>, M. Jossic<sup>3,4</sup>, E. Bérard<sup>5</sup>, R. Caussé<sup>2</sup>, T. Baudin<sup>5</sup>, C. Berdin<sup>5</sup>, V. Etgens<sup>1</sup>

1. Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France (C2RMF)
2. STMS UMR9912. IRCAM-CNRS-Sorbonne Université-Ministère de la Culture
3. Équipe Conservation Recherche, Musée de la Musique, Cité de la Musique, Philharmonie de Paris
4. Centre de Recherche sur la Conservation, CNRS-USR3224, MNHN
5. Université Paris-Saclay, CNRS, ICMMO-SP2M, UMR 8182

## Résumé :

Soutenu par la Fondation des Sciences du Patrimoine, ce projet de thèse vise à comprendre le rôle et l'influence sur les propriétés acoustiques des procédés de fabrication des gongs (choix de l'alliage, traitements thermiques, martelage à froid), en tentant d'établir un lien entre les propriétés microstructurales et vibratoires des alliages de bronze à fort taux d'étain (20-26% massique). Ce travail s'appuie sur un corpus de gongs et de cymbales provenant d'Asie du Sud-Est conservés au Musée de la Musique, produits entre le 19<sup>ème</sup> et le 20<sup>ème</sup> siècle, et présentant différentes typologies de martelage. Le caractère patrimonial des collections étudiées interdisant toute expérimentation invasive, le corpus est étudié par une analyse comparative avec un ensemble d'échantillons produits en laboratoire. Cette démarche permet de mieux comprendre les effets des traitements thermiques (trempe) et mécaniques (martelage) sur le comportement vibratoire des idiophones. La littérature sur les procédés de fabrication montre toute l'importance de la trempe à l'eau, un type de traitement thermique inhabituel pour les bronzes, qui permet d'empêcher la formation de phases eutectoïdes  $\alpha+\delta$  fragiles, et de conserver les propriétés de ductilité de la phase  $\beta$  seulement présente à haute température (586°C – 799°C). Sans ce traitement, les propriétés mécaniques de l'alliage rendent le martelage à froid impossible. De plus, la capacité de l'alliage à se déformer est liée à la température de trempe, dont le contrôle constitue donc un enjeu majeur pour réaliser le martelage à froid. Cette dernière étape est primordiale pour les idiophones car elle permet d'accorder et de modifier finement le timbre et les variations sonores de l'instrument.

Le présent article propose premièrement de mesurer les compositions chimiques des instruments du corpus par la méthode PIXE, Particle Induced X-Ray Emission (new AGLAE, C2RMF), et dans une seconde étape, de rechercher et d'identifier les phases martensitiques typiques de cette trempe au sein du corpus d'instruments par diffraction de rayons X (synchrotron SOLEIL, ligne DiffAbs). De plus, l'impact de la température de trempe sur les propriétés mécaniques (dureté, allongement à la rupture, limite d'élasticité) et celui du martelage et de la trempe sur les propriétés vibratoires (fréquences, amortissements) seront évalués, dans la suite des recherches, sur des échantillons de bronze dont la composition chimique, la géométrie, et l'état métallurgique (température de trempe, taux

d'écrouissage) seront contrôlés. A terme, les résultats devraient apporter un nouvel éclairage sur les choix de facture des gongs d'Asie du Sud-Est (composition des alliages, traitements thermiques et mécaniques comme la trempe et le martelage à froid) vis à vis des propriétés mécaniques et sonores recherchées.

## Abstract :

Supported by the Fondation des Sciences du Patrimoine, the PhD project aims to understand the role and acoustic impact of hammering in the making process of gongs and cymbals (choice of alloy, heat treatment, cold hammering), by establishing a link between the microstructural and vibratory properties of high tin bronze alloys (20-22 weight % Sn). This work is based on a corpus of gongs and cymbals from Southeast Asia, held at the Musée de la Musique, made during the 19th and 20th century. The cultural heritage nature of the corpus forbidding all use of intrusive analysis, it is studied using a comparative analysis with a collection of lab produced samples. This kind of analysis allows a better understanding of the effects of heat treatments (quenching) and mechanical treatments (cold hammering) on the vibratory behavior of idiophones. The literature on the fabrication processes shows all the importance of water quenching, an unusual kind of heat treatment for bronzes, which allows to prevent the formation of fragile  $\alpha+\delta$  eutectoid phases, and retaining the ductile properties of the  $\beta$  phase, only present at high temperatures (586°C – 799°C). Without quenching, the mechanical properties of the alloy renders cold hammering impossible. Moreover, the deformation capabilities of the alloy is highly tied with quenching temperature, whose control is a major endeavor in order to properly realize the cold hammering. This last step is fundamental for the making of idiophones, because it allows for the tuning and the fine modification of the timbre and sound of the instrument.

The following article first presents the chemical composition measurements of the corpus, using the PIXE method (new AGLAE, C2RMF), and secondly, the research and identification of martensitic phases typical of quenching, using X-Ray Diffraction at Soleil Synchrotron, on the DiffAbs line.

Moreover, the impact of quenching temperature on the mechanical properties (hardness, elongation at break, yield strength), and the influence of hammering and quenching on the vibratory properties (frequencies, damping), will be evaluated, in the continuance of the present research, on lab samples whose composition, geometry, and metallurgical state will be controlled. In the long term, the results should share a new light on the crafting choices of South East Asian gongs (alloy composition, quenching, and cold hammering) regarding their desired mechanical and vibratory properties.

**Mots clefs : Bronze à fort taux de Sn, gongs, cymbales, trempe, martelage**

## 1 Introduction

Les idiophones en bronze, tels que les gongs et les cymbales, sont traditionnellement fabriqués à partir de nuances de bronze dites "à fort taux d'étain", c'est-à-dire au-delà de la limite de solubilité de l'étain dans le cuivre, à 15,8% massique. Cette famille d'alliage est réputée complexe à marteler, en raison de la phase intermétallique  $\delta$  Cu<sub>41</sub>Sn<sub>11</sub>, qui est fragile [1], [2]. En revanche, contrairement aux cloches qui sont constituées du même alliage mais sont accordées par enlèvement de matière, les gongs et les cymbales sont accordés par martelage à froid [3], [4]. Cette dernière étape est rendue possible par le biais d'un traitement thermique particulier : la trempe à l'eau.

La littérature [5], [6], [7] est diverse pour décrire la chaîne de production de ces instruments, en partant de la coulée jusqu'au produit final. Les ébauches, sous forme de disques épais, sont martelées à chaud pour leur donner une forme spécifique, avec ou sans dôme, lui-même plus ou moins courbé, et avec des bords plus ou moins prononcés. Une fois la géométrie souhaitée atteinte, les instruments sont de nouveau chauffés dans le même intervalle de température, puis trempés en les plongeant brutalement dans l'eau. Cette étape produit une phase aciculaire typique qualifiée de martensitique obtenue à partir de la phase  $\beta$  présente à haute température, entre 586°C et 799°C, (voir Figure 4), qui augmente la ductilité de l'alliage, permettant ainsi de réaliser la dernière étape d'accordage par martelage à froid. La géométrie de l'instrument est alors finement retravaillée, et les fréquences et amortissements sont modifiés afin d'obtenir le son désiré en fonction de l'utilisation future de l'instrument [5], [7].

Cet article se propose d'étudier un corpus de gongs et de cymbales du Musée de la musique, originaires d'Asie du Sud-Est et datés entre le 19<sup>ème</sup> et le 20<sup>ème</sup> siècle, dans le but de déterminer les matériaux constitutifs, de restituer leur histoire thermomécanique et de comprendre les choix de facture qui ont eu lieu durant leur processus de fabrication. A l'aide de diverses analyses, élémentaires (PIXE) et microstructurales (SR-DRX), nous avons cherché à identifier les choix de facture que sont la composition chimique, ainsi que la présence de traitements thermiques, sur un corpus muséal.

## 2 Matériaux et méthodes

### 2.1 Matériaux

#### 2.1.1. Corpus d'instruments de musique

Les instruments de musique sélectionnés dans le corpus d'étude ont été choisis dans les collections du Musée de la Musique. Le corpus a été constitué à partir de différents critères (type d'instruments, matériau, traces de martelage, origine géographique). Ces critères nous ont permis de sélectionner 28 instruments.

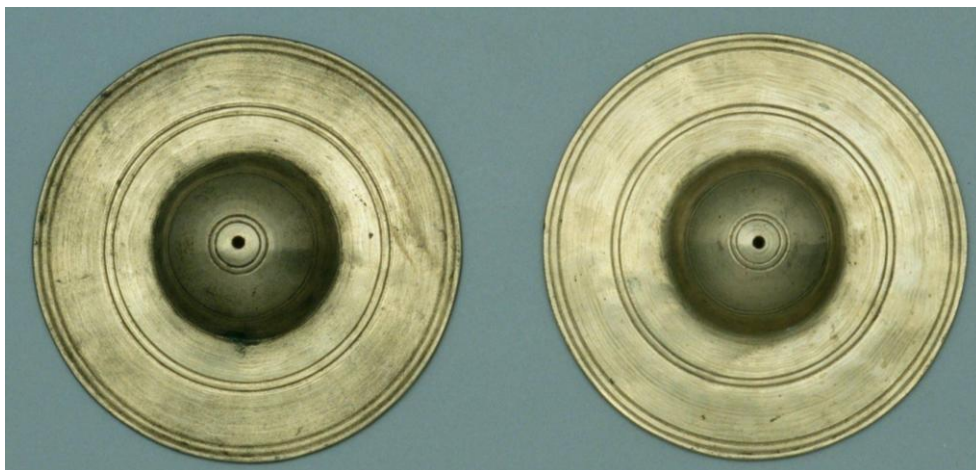


Figure 1 : Prise de vue de la paire de cymbales E.1333 appartenant au corpus d'étude @ J-M. Anglès

Les gongs et les cymbales du corpus (dont la paire E.1333 présentée en Figure 1), sont tous originaires d'Asie du Sud-Est, une région reconnue pour sa métallurgie des bronzes à fort taux d'étain trempés, et en particulier à destination de la musique [8]. Ils présentent tous des traces plus ou moins importantes de martelage, et sont tous en bronze. Ce corpus peut être considéré comme un échantillon statistiquement significatif d'idiophones d'origine géographique relativement variée (Inde, Philippines, Indonésie, Chine...). Tous les instruments dont la chronologie est recensée ont une date de facture

estimée entre le 18<sup>ème</sup> et le 20<sup>ème</sup> siècle (les origines géographiques et chronologiques de tous les instruments, quand elles sont connues, sont présentées dans le Tableau 1 en annexe). Afin de préserver l'intégrité des œuvres, une approche exclusivement non destructive, décrite dans les sections 2.2.1 et 2.2.2 a été mise en œuvre.

### 2.1.2. Échantillons de laboratoire

Afin de dépasser les limites inhérentes à l'approche non destructive des œuvres et mieux comprendre le bronze à fort taux d'étain trempé, des échantillons expérimentaux modèles en laboratoire ont été produits. Grâce à ces échantillons expérimentaux, l'influence de plusieurs paramètres a pu être prise en considération, dont en particulier la composition chimique élémentaire, et les différents traitements thermiques et mécaniques sur la microstructure de l'alliage, ainsi que ses propriétés mécaniques comme la dureté.

Le corpus d'échantillons comporte différentes nuances de bronze, allant de 16% à 26% massiques, soit trempés à l'eau (à température ambiante), soit refroidis à l'air après recuit. La composition des alliages expérimentaux a été choisie de façon à englober le domaine de composition révélé par les analyses élémentaires PIXE réalisées sur le corpus d'instruments de musique. Ces échantillons ont été réalisés par coulée dans des lingotières en acier au Centre de Recherche et de Restauration des Musées de France (C2RMF). Les métaux ont été fondus dans un creuset en graphite au moyen d'un four à moufle de laboratoire, à la température de 1200°C. Le métal a été protégé de l'oxydation en introduisant un peu de charbon de bois dans le creuset pendant la fonte du cuivre électrolytique utilisé pour la réalisation des échantillons. Une fois le cuivre fondu, le creuset a été sorti du four pour ajouter l'étain, puis remis à chauffer. Enfin, le contenu du creuset a été remué avant une dernière chauffe, suivie de la coulée. Le moule utilisé a été préchauffé à 600°C pour améliorer la coulabilité. Les échantillons produits ont ensuite été analysés au PIXE sur NewAGLAE afin de vérifier leur composition chimique, puis recuits une heure à 700°C pour homogénéisation, avec refroidissement à l'air. Afin de pouvoir utiliser ces échantillons comme base de comparaison avec les objets du corpus, la moitié de l'ensemble d'échantillons a été trempée à l'eau, après un recuit de 30 minutes à 750°C. Les choix de traitements thermiques ont comme base théorique la littérature sur les procédés de fabrication des gongs et des cymbales [1], [5], [6].

Un des échantillons expérimentaux que nous avons produits (une plaque de bronze d'une épaisseur de 3 mm) a de surcroît subi des essais de martelage répétés à l'aide d'un banc de martelage conçu au C2RMF. Ce banc de martelage est composé d'une masse de 1,2 kg, maintenue à une hauteur prédéterminée de 30 cm (basé sur les travaux de Pernot et Montheillet sur le martelage du cuivre [9]), et d'un étau maintenant l'échantillon à plat. La masse est placée dans un guide en PVC, et une fois libérée à l'aide de la goupille, elle tombe sur l'échantillon pour simuler le martelage. La plaque de bronze a ainsi reçu 200 coups successifs portés au même endroit, formant un impact d'environ 4mm de diamètre, pour 0,6 mm de profondeur.

Le corpus d'échantillons de laboratoire servira donc de référence et de point de comparaison lors des analyses DRX réalisées sur une partie du corpus d'objets au Synchrotron Soleil.

## 2.2 Caractérisations structurales et microstructurales

### 2.2.1. Analyse élémentaire

La caractérisation chimique du corpus d'instruments a été réalisée par PIXE, à l'aide de l'Accélérateur Grand Louvre d'Analyse Élémentaire (NewAGLAE). Ce dernier permet de produire un microfaisceau de protons extrait dans l'air d'environ 50 µm de diamètre, qui pénètre le matériau sur une profondeur d'environ 30 µm. Toutes les analyses ont été effectuées en mode cartographie, c'est-à-dire avec

balayage par le faisceau d'une petite surface de l'objet (au minimum 0,5x0,5 mm<sup>2</sup>). Les compositions ont été calculées avec les logiciels GUPIX et TRAUIXE à partir des données fournies par le détecteur X basse énergie (X0), un détecteur X haute énergie devant lequel un filtre de 200 µm d'aluminium a été placé (X1), et deux détecteurs X haute énergie (X12) devant lesquels des filtres de 30 µm de cobalt ont été placés [10], [11].

L'analyse PIXE étant restreinte à l'extrême surface, les zones d'intérêt des objets analysés ont été nettoyées préalablement à l'aide d'un solvant (éthanol), et par abrasion légère au moyen d'une gomme spécifiquement développée pour la restauration des objets métalliques. Malgré ces précautions, le métal que nous avons analysé n'est pas toujours totalement exempt de contaminations de surface : dans les résultats PIXE, cela se manifeste par la présence d'éléments légers (Na, Mg, Al, Si, S, Cl, Ca), et un peu de fer. Ces éléments sont à mettre en relation avec le relatif encrassement de la surface des objets et la présence, pour certains objets, d'anciens vernis de protection. En revanche, nous avons pu vérifier l'excellent état de conservation de la matrice métallique ; les surfaces n'étant pas affectées par la corrosion, nous pouvons donc considérer que nous avons correctement dosé les éléments d'alliage, et notamment le rapport Cu/Sn. En conséquence, et afin de rendre toutes les analyses comparables entre elles, les analyses ont été normalisées à 100% sans tenir compte des éléments légers - issus de contaminations de surface (Na, Mg, Al, Si, Cl, Ca). Pour plus de sécurité, nous avons néanmoins exclu les analyses pour lesquelles la teneur de l'un de ces éléments dépasse 1% (3 analyses sur les 28 analyses effectuées).

Enfin, pour vérifier la précision et la justesse de nos mesures, une série de matériaux de référence certifiés a été analysée dans les mêmes conditions que les objets (dont plusieurs nuances de bronze, y compris à fort taux d'étain).

### 2.2.2. Analyse DRX au synchrotron Soleil

Dans le but de poursuivre les analyses non destructives, les gongs et les cymbales de notre corpus qui présentaient un fort taux d'étain (en se basant sur les analyses PIXE présentées précédemment) ont été étudiés par Diffraction de Rayons X (DRX) au Synchrotron Soleil, sur la ligne DiffAbs. Ces derniers ont été accompagnés de quelques échantillons de laboratoire pour représenter les compositions principales du corpus : 16%, 20%, 22%, et 26% massiques d'étain.

Le but de ces analyses est de déterminer la structure cristalline du bronze dans les objets. Il est alors possible de déterminer, en fonction des résultats, si les objets du corpus ont effectivement été trempés ou non. Ces analyses se sont déroulées en géométrie Bragg-Brentano, en réflexion, avec un faisceau de longueur d'onde de 0.6914 Å, d'environ 230 µm par 1,2mm à 10° d'incidence. Pour chaque objet et échantillon analysé, 3 pointés ont été réalisés, comprenant 3 scans à l'aide du détecteur CirPAD (décrit précisément dans la littérature [12]), qui comprend un assemblage de détecteurs 2D sur un domaine de 140°. Ces différents modules de détections sont juxtaposés, mais il reste néanmoins des interstices non nuls entre eux, rendant les diffractogrammes obtenus discontinus. Pour remédier à cela, 3 positions angulaires du CirPAD ont été utilisées pour chaque acquisition, et en sommant les diffractogrammes correspondants, il est possible de combler les valeurs de 2θ manquantes.

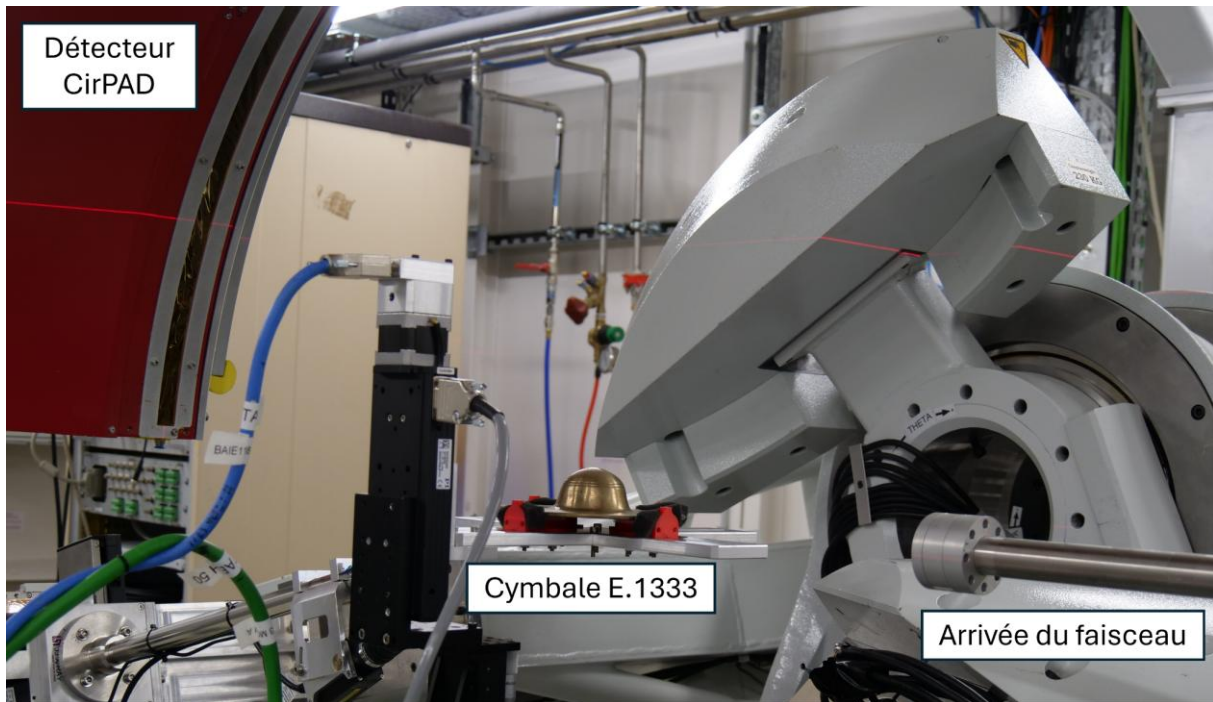


Figure 2 : Montage de la cymbale E.1333 dans la ligne DiffAbs, Synchrotron Soleil, utilisant le détecteur CirPAD (Curved hybrid pixel area detector), @ Andritiana Rakotondrazafary

Les objets étudiés possèdent une géométrie complexe, ils ont donc été montés sur un support conçu sur-mesure, et sur des tables à translations motorisées afin de pouvoir précisément positionner le faisceau sur différentes zones d'intérêt. Le montage est présenté en Figure 2. Plusieurs pointeurs lasers ont été employés dans le but d'aligner au mieux les objets étudiés. Le choix des zones d'analyses compatibles avec un alignement correct du faisceau, ainsi que l'étape d'alignement en elle-même ont été des difficultés relativement importantes, qui expliquent en partie le choix de travailler sur un corpus réduit.

Les échantillons de laboratoire autre que la plaque martelée ont également été analysés avec un montage dit "spinner" c'est-à-dire en tournant sur eux-mêmes, dans le but d'augmenter la statistique, *i.e.* le nombre de cristallites analysés, et ainsi réduire les effets de taille de grains et de texture potentiels. Ce montage tournant n'a pas pu être mis en place pour les instruments de musique, pour des questions pratiques et de sécurité des objets.

La plaque martelée a quant à elle été analysée en surface sur une zone non déformée, et au centre de l'impact du marteau.

### 2.2.3. Métallographie

Afin de pouvoir observer les effets microstructuraux des différents traitements thermiques et mécaniques et de la composition chimique, des coupes métallographiques ont été préparées sur les échantillons expérimentaux.

Tous les échantillons cylindriques (différentes nuances de bronze, trempées à l'eau ou non) ont été enrobés dans une résine époxy, puis polis au papier SiC et à la pâte diamantée jusqu'au quart de micron. Ils ont ensuite été attaqués à l'aide d'une solution de perchlorure de fer alcoolique (attaque de 30 secondes, puis rinçage à l'eau distillée), avant d'être observés en microscope optique à réflexion à différents grossissements.

### 2.2.4. Dureté Vickers

Dans le but de mesurer l'impact de la composition en étain et de la trempe sur les propriétés mécaniques des bronzes à fort taux d'étain, une campagne de mesures de dureté Vickers a été réalisée

sur les échantillons expérimentaux. Ces analyses ont été réalisées avec une charge de 500gf, avec 6 essais par échantillons. Les marques ont ensuite été mesurées au microscope optique, et la dureté Vickers a ensuite été calculée par la méthode des diagonales.

### 3 Résultats et discussion

#### 3.1 Composition chimique élémentaire

Les compositions massiques en Sn et en Cu pour chaque objet du corpus d'instruments du Musée de la Musique sont présentées respectivement en abscisse et en ordonnée dans la Figure 3. Chaque point du graphique correspond à un objet du corpus. En plus des compositions, les courbes d'équations  $y = 100 - x$  et  $y = 95 - x$  sont représentées en pointillés sur le graphique. Ces droites permettent de représenter les positions théoriques des points correspondant à des objets composés à 100% et 95% d'étain et de cuivre uniquement.

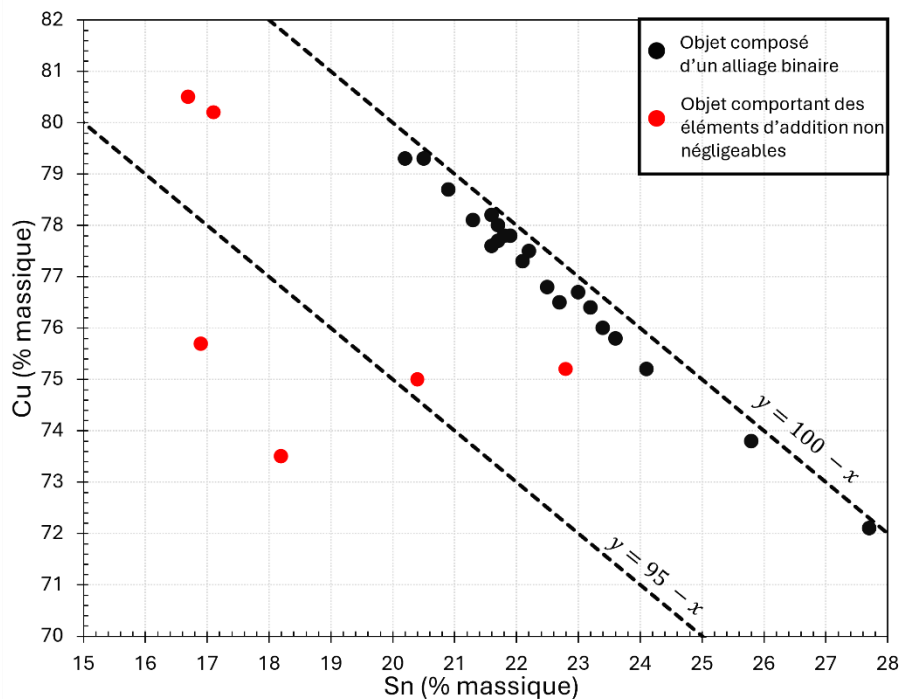


Figure 3 : Compositions massiques en étain et en cuivre du corpus d'instruments étudié (PIXE), les points figurés en rouge correspondent à des objets qui ne renferment pas uniquement du cuivre et de l'étain comme éléments notables.

La première observation qu'il est possible de retirer de cette figure est que la majorité (26 objets sur 28) des objets sont composés par un bronze binaire (CuSn).

Dans certains cas (représentés en rouge), d'autres éléments d'addition métalliques sont détectés, comme le Pb et le Zn (jusqu'à 4% massique). De telles additions sont relativement courantes dans les bronzes. Le plomb est notamment connu pour ne pas s'allier au cuivre et former des nodules au niveau des joints de grains dans la matrice de solution solide. Dans les cas où des éléments d'addition sont détectés, sur un objet faisant partie d'une paire de cymbales, les mêmes éléments d'addition sont retrouvés sur le second objets de la paire. Cela indique donc qu'il s'agit bien d'éléments présents dans la matrice de l'objet et non de contaminations. Cela ne veut en revanche pas dire que ces différents alliages ne sont pas utilisés dans la facture de ces instruments, seulement qu'ils ne sont pas très fortement représentés dans le corpus d'étude.

Sur les 28 objets individuels (non compris dans une paire) étudiés, 75% montrent une composition d'étain comprise entre 20 et 24%, malgré les origines variées (tant géographiques que chronologiques). Cela met en lumière l'importance et la qualité du contrôle de la composition dans l'élaboration des alliages destinés à la fabrication des gongs et des cymbales d'époque moderne. Dans "The Manufacture of Gongs in Semarang" [5], les auteurs décrivent les tests successifs permettant aux artisans de contrôler la composition de leurs alliages, en se basant sur la couleur et les propriétés mécaniques (ductilité, faciès de rupture). De même, dans "Quenched High Tin Bronzes from the Philippines" [6] M. Goodway et H. Conklin décrivent la pratique importante du recyclage des instruments endommagés, refondus pour façonner de nouveaux gongs, soulignant encore par la même occasion l'attention apportée au contrôle de la composition des alliages.

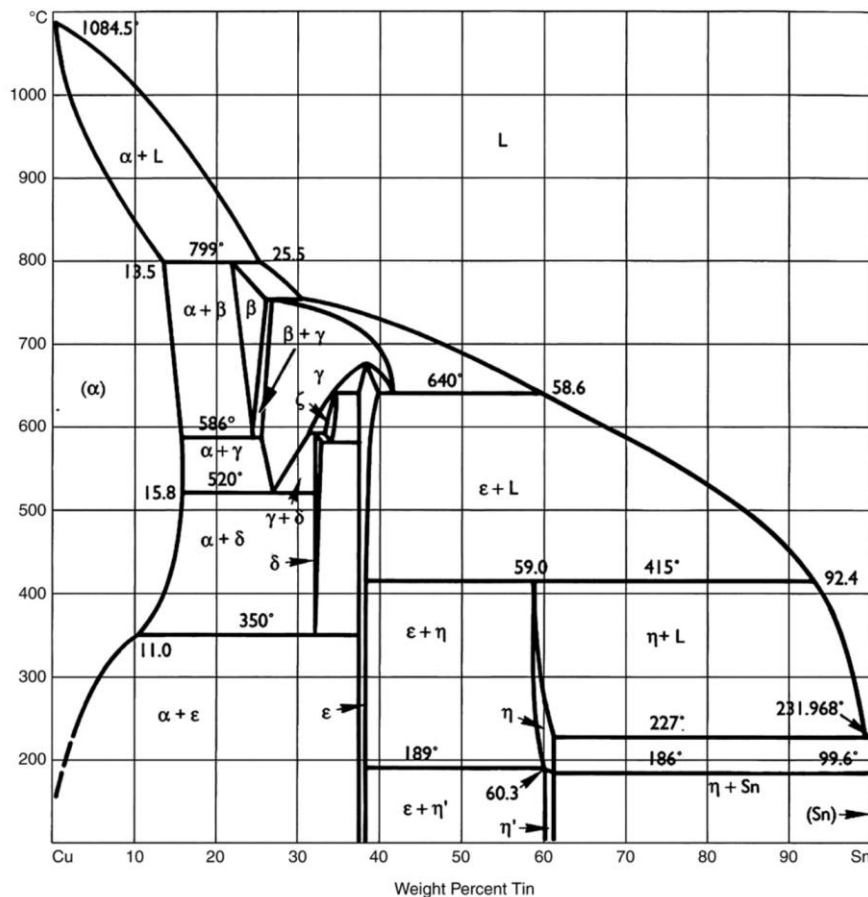


Figure 4 : Diagramme de phase Cuivre-Étain (issu de [2])

Si on se réfère au diagramme d'équilibre du système Cu-Sn (représenté en Figure 4), on peut trouver de la phase  $\beta$  pour des compositions entre 13,5% et 27% massique d'étain selon la température. Si on reprend les compositions analysées de notre corpus, on observe que l'intervalle maximal de composition s'étend de 16,7 à 27,7%, ce qui s'inscrit parfaitement dans le domaine d'apparition de la phase  $\beta$  à haute température (586-799°C). Les résultats d'analyse PIXE permettent donc de dire que tous les objets du corpus possèdent une composition permettant d'obtenir de la phase martensitique  $\beta'$  après trempe à l'eau. En revanche, l'analyse PIXE ne permet pas à elle seule d'affirmer la présence de cette phase, c'est pourquoi une partie du corpus d'instruments a été soumise à des analyses de diffraction de rayons X.

### 3.2 Caractérisation des phases cristallines

Les diagrammes de diffraction de rayons X obtenus pour les échantillons expérimentaux non trempés et donc uniquement recuits et refroidis à l'air, sont présentés sur la Figure 5.

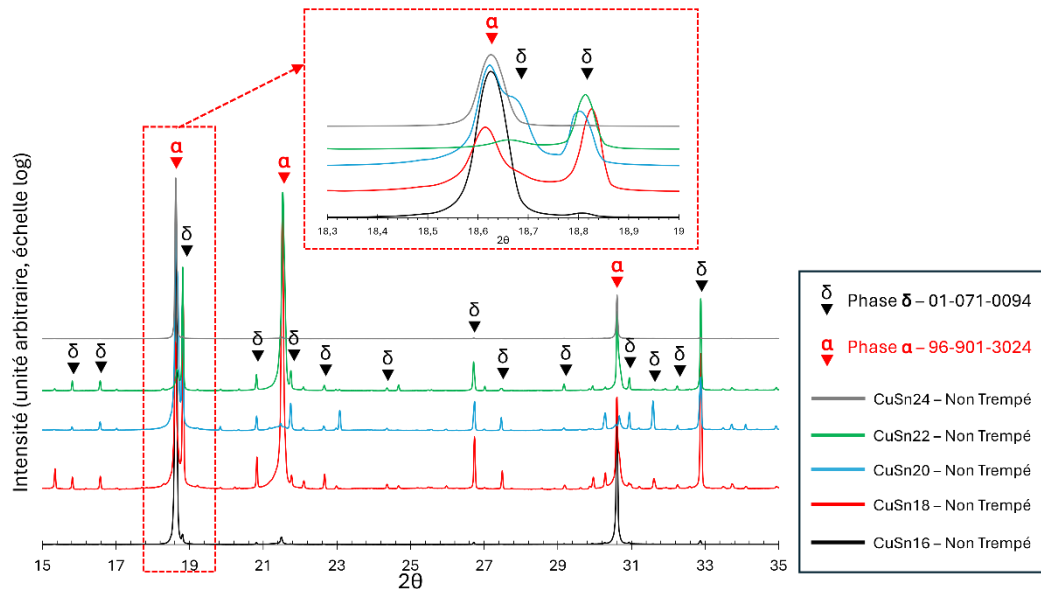


Figure 5 : Comparaison de diffractogrammes des échantillons de laboratoire non trempés pour différentes nuances de bronze, montage spinner

Ces diagrammes ont été réalisés à l'aide d'un montage spinner, sur des échantillons non réduits en poudre, par souci de comparaison avec les instruments du corpus d'étude. En indexant les pics à l'aide de la base de données COD et ICDD PDF-2, il a été possible d'identifier deux phases en présence : la solution solide  $\alpha$ , (fiche 96-901-3024) et le composé intermétallique  $\delta$  (fiche 01-071-0094). Ces phases correspondent bien aux phases attendues selon le diagramme d'équilibre du système Cu-Sn. Le domaine angulaire présenté ici se limite aux bornes supérieures recensées dans les fiches des bases de données COD et PDF-2. Il faut néanmoins noter que nous avons exploré un domaine angulaire beaucoup plus vaste, puisqu'il s'étend jusqu'à  $140^\circ$ .

Toutefois, on peut souligner plusieurs points. Premièrement, on observe la faible intensité, voire l'absence totale de certains pics appartenant à des phases en présence. Par exemple, le pic à  $2\theta = 21,54^\circ$ , présent plus ou moins intensément sur la plupart des diffractogrammes, est quasiment absent pour l'échantillon CuSn20, malgré la présence des autres pics caractéristiques de la phase  $\alpha$ . Ce phénomène peut avoir plusieurs causes. Comme ces derniers ne sont pas sous forme de poudre, la statistique d'orientation cristalline est grandement réduite. Cela a pour effet de rendre discontinus les cônes de diffraction. De plus, cet effet est potentiellement accentué par la taille des cristallites dans les échantillons. Plus la taille des grains est élevée, plus cette statistique d'orientations diffractées se réduit, et affecte les intensités et la présence de certains pics de diffraction. La présence de texture cristalline peut avoir le même effet sur le diffractogramme. Les intensités des pics mesurés sont donc fortement altérées, dans un sens comme dans l'autre, en raison du biais statistique de représentation des orientations cristallines. Le montage spinner employé permet en partie de contrevenir à ce biais.

On peut également observer de faibles décalages en  $\theta$  dans les pics correspondant aux mêmes phases, qui ne sont pas liés à la composition de l'alliage, mais plutôt à l'erreur associée à la résolution angulaire de l'appareil (estimée à  $0,0115^\circ$ ) [13].

Cette figure met en lumière les conditions particulières d'analyse inhérentes à nos mesures. Malgré quelques artefacts expérimentaux, elle permet surtout d'affirmer que les phases en présence dans les échantillons expérimentaux sont bien celles attendues, et notamment que la phase martensitique  $\beta'$  issue de  $\beta$  (fiches PDF 000-06-0621 et 00-031-0487) signe le recours à un traitement thermique de trempe.

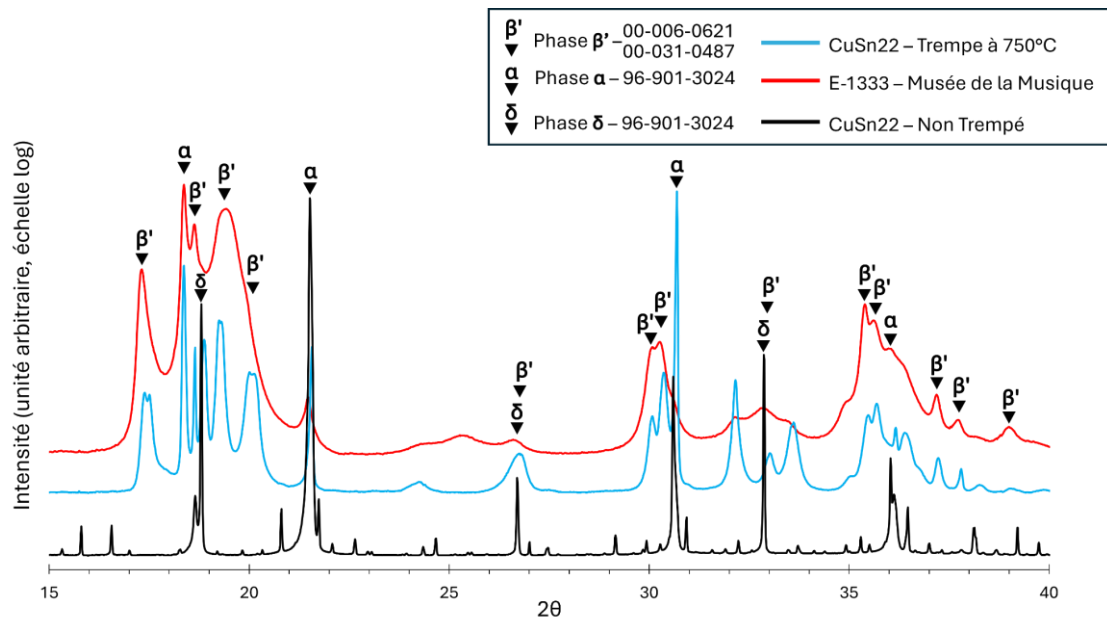


Figure 6 : Comparaison des diffractogrammes d'échantillons expérimentaux trempés et non trempés avec celui de la cymbale E.1333 de même composition (22% masse de Sn)

Dans le but d'étudier la structure cristalline des objets du corpus, et d'en déduire une partie de leur histoire thermomécanique, nous pouvons comparer les diffractogrammes des échantillons expérimentaux et ceux des instruments de musique du corpus. A titre d'exemple, la Figure 6 montre clairement la présence de la phase martensitique issue de  $\beta$  dans la cymbale E-1333 (Figure 1). On remarque également la largeur importante des pics de diffraction attribués à la phase martensitique pour l'instrument de musique comparé à l'échantillon expérimental trempé. La largeur des pics de diffraction est inversement proportionnelle à la taille des cristallites de la phase diffractante. La deuxième cause d'élargissement des pics de diffraction est la présence de microdéformations. Dans ce cas, les distances entre les plans d'une famille de plans réticulaires se trouvent changées par la présence de défauts cristallins et de distorsions du réseau cristallin. Cette multiplicité des distances au sein d'une même famille de plans conduit donc à la multiplication des conditions de Bragg, et ainsi à un élargissement des pics par superposition. Il n'est pas possible de trancher sur l'origine de ces élargissements, mais au vu de la littérature [14], la phase martensitique  $\beta'$  se distingue par sa morphologie aciculaire, avec des aiguilles ayant une largeur de l'ordre du micron. Cet effet morphologique peut se combiner avec celui déjà observé de la taille importante des grains de solution solide, et de la présence suspectée d'une texture dans la phase martensitique. On soulignera enfin que ces différents effets peuvent également fortement affecter les intensités relatives des différents pics de diffraction.

Comme la présence de la phase martensitique  $\beta'$  a pu être identifiée sur l'ensemble des diffractogrammes des objets du corpus, cela permet donc de conclure que tous les instruments ont bien été trempés durant leur processus de fabrication, conformément à la littérature [5], [6]. Nous n'avons pas encore pu exploiter l'ensemble des diffractogrammes réalisés sur les instruments de musique du corpus, mais une recherche préliminaire des pics caractéristiques de la phase martensitique nous permet d'affirmer qu'elle est présente dans tous les objets du corpus étudié.

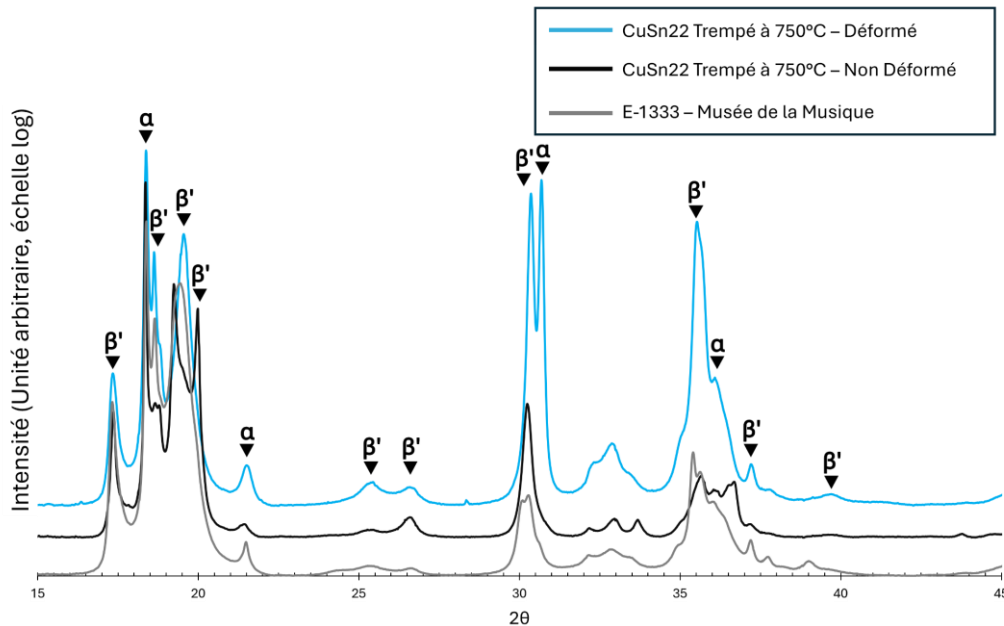


Figure 7 : Comparaison des diffractogrammes d'un échantillon de bronze, déformé et non déformé avec une cymbale de même composition

Par ailleurs, l'effet de la déformation plastique sur la microstructure peut être mis en relation avec l'élargissement des pics de diffraction. Comme représenté dans la Figure 7, nous avons pu étudier deux diffractogrammes issus du même échantillon, dans une zone déformée et une zone non déformée. A titre de comparaison, la Figure 7 comprend également un diffractogramme issu d'un objet de même composition. Les élargissements de pics pourront être mesurés dans un second temps à l'aide de techniques d'affinement Le Bail et Rietveld, et il ne nous est pas encore possible de statuer sur la présence d'élargissements, quelle que soit leur origine. Le fort taux de recouvrement des pics dû aux dimensions réduites des cristallites de la phase martensitique empêche les mesures de largeur à mi-hauteur des pics sans affinement préalable. De plus, comme signalé précédemment, les intensités des pics peuvent fortement varier, et certains pics sont entièrement absents.

Cette première approche qualitative permet tout de même de noter que le diffractogramme de la cymbale se démarque de celui du bronze non déformé et au contraire se rapproche de celui de l'échantillon déformé en laboratoire. La comparaison de deux diffractogrammes n'est pas suffisante pour établir l'origine de cet effet, ni ne permet de tirer des conclusions définitives sur la nature cristalline du matériau étudié. L'étude de la cartographie de diffraction sur la coupe transverse de l'échantillon déformé devrait nous en apprendre davantage sur l'effet du martelage sur les profils de diffraction par rayons X.

### 3.3 Analyses métallographiques et dureté Vickers

Les microstructures des échantillons de laboratoire ont été observées par métallographie optique, après attaque au perchlorure de fer alcoolique. La Figure 8 présente la microstructure de deux échantillons contenant 20% massique d'étain, l'un recuit à 750°C puis refroidi à l'air et l'autre trempé à l'eau après une étape de chauffe à 750°C.

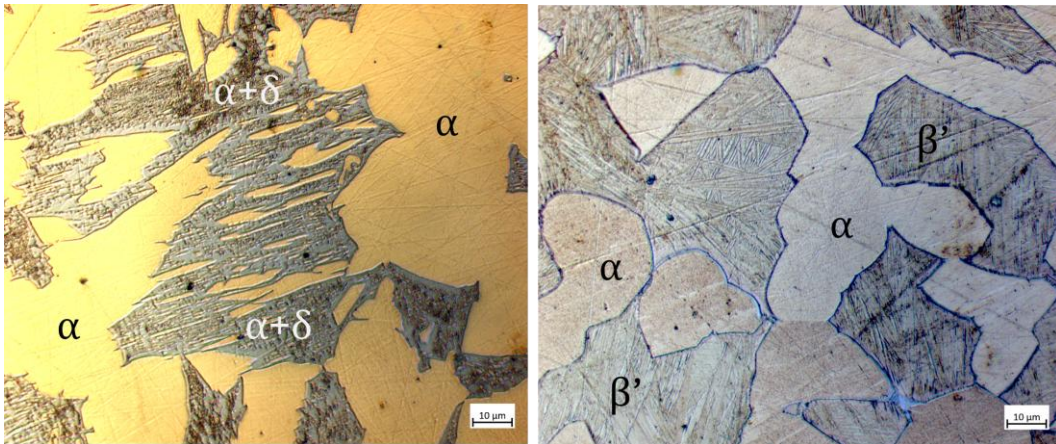


Figure 8 : Micrographie optique (champ clair) d'échantillons expérimentaux de bronze à 20% d'étain recuits à 750°C puis refroidis à l'air (gauche) ou trempés à l'eau (droite), attaque au perchlorure de fer alcoolique.

On peut remarquer la présence importante de solution solide  $\alpha$  dans les deux échantillons. L'échantillon refroidi à l'air montre une autre phase qui correspond à l'eutectoïde  $\alpha+\delta$ . Sur l'échantillon trempé, on peut observer la présence de la phase martensitique  $\beta'$  composée de fines aiguilles. On remarque également la différence d'un ordre de grandeur entre la largeur des aiguilles de la phase martensitique et le diamètre des grains de solution solide.

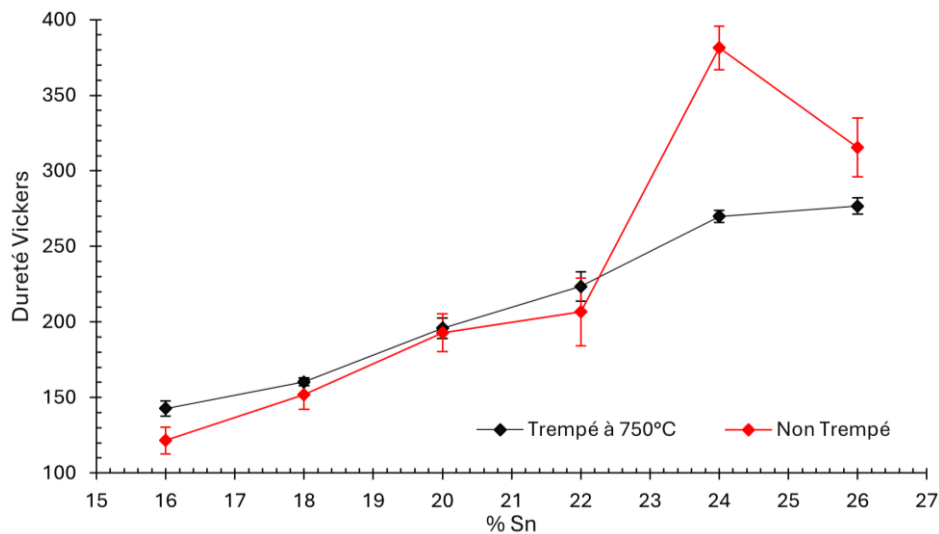


Figure 9 : Mesures de dureté Vickers sur échantillons expérimentaux selon le traitement thermique et la composition massique en étain

La Figure 9 présente les évolutions de dureté en fonction du taux d'étain. Cette dernière tend à augmenter avec le pourcentage massique d'étain, avec des variations plus prononcées aux fortes teneurs. On observe également que selon la composition en étain des différents échantillons, l'écart de dureté entre les échantillons trempés et non trempés varie fortement. En dessous de 22%, les échantillons non trempés apparaissent légèrement moins durs, et la tendance s'inverse brusquement passé ce seuil. Cela montre aussi que passé une certaine composition en étain, le bronze trempé est moins dur, et, on peut supposer, plus ductile [15]. La relation entre dureté et fragilité (et inversement) n'est en revanche pas explicite, et nécessite des analyses plus poussées.

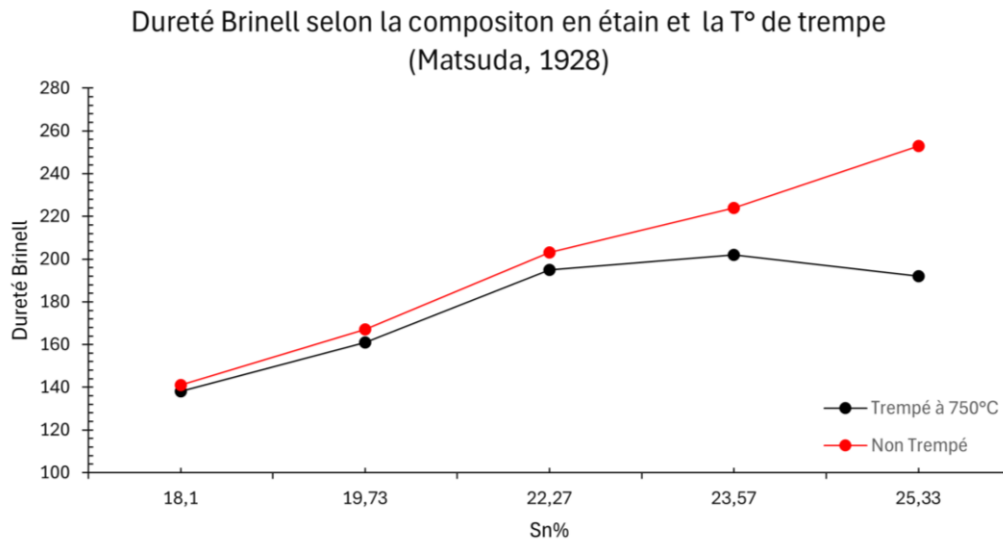


Figure 10 : Mesures de dureté Brinell (T. Matsuda, 1928) sur échantillons expérimentaux selon le traitement thermique et de la composition massique en étain

Si on compare ces résultats à ceux de Matsuda (présentés sur la Figure 10 à partir des données publiées dans [15]) qui sont réalisés avec un dispositif Brinell, on peut observer la forte tendance de réduction de la dureté sous l'action de la trempé quand la concentration en étain augmente. Malheureusement, nos résultats ne permettent pas de montrer de tendance aussi claire, mais présentent néanmoins comment un traitement thermique de ce type peut avoir des effets importants sur le comportement mécanique de notre matériau d'étude. Tout d'abord, comme on peut voir sur la Figure 8, la taille de grains des échantillons mesurés est de l'ordre de 50 $\mu$ m, et les empreintes réalisées sur les échantillons mesurent quant à elles 80 $\mu$ m en moyenne. Cette proximité de dimensions, ainsi que la différence importante de dureté entre les deux phases constitutives des échantillons (trempés ou non) [6] tend à augmenter l'incertitude de mesure de dureté. A plusieurs reprises lors des mesures, il a été constaté que des empreintes apparaissent déformées car positionnées sur des joints de grains, et pouvant ainsi rendre la lecture des données plus incertaine. Plusieurs essais avec différentes charges ont été réalisés pour tenter de réduire la taille des empreintes, mais la réduction de la charge augmente d'autant plus l'incertitude, et n'a donc pas pu régler le problème.

Ces analyses restent préliminaires, et seront complétées par la suite de ce projet de recherche par d'autres analyses mécaniques qui nous permettront de mettre en lumière de manière plus précise les propriétés mécaniques de cette famille d'alliage.

#### 4. Conclusion et perspectives

En accord avec la littérature [5], [6] les compositions analysées du corpus d'instruments sont bien comprises dans la famille des bronzes à fort taux d'étain, c'est-à-dire au-delà de la limite de solubilité de l'étain dans le cuivre, soit 15,8% massique. Cet intervalle de compositions est également inscrit dans le domaine d'apparition à haute température de la phase  $\beta$ , permettant d'obtenir la phase martensitique  $\beta'$  par le biais d'une trempé à l'eau. L'hypothèse de la trempé a ensuite pu être confirmée par les analyses microstructurales en DRX réalisées au Synchrotron Soleil sur la ligne DiffAbs. La phase martensitique a été identifiée sur l'ensemble des diffractogrammes des instruments de musique analysés, confirmant la présence d'un traitement thermique de trempé. En raison de la taille des cristallites analysées, ainsi que de la présence potentielle de texture dans les objets et les échantillons étudiés, les analyses par affinement n'ont pas encore pu être réalisées. La présence de texture pourra prochainement être étudiée par les scans avec balayage azimutal, qui pourront révéler les discontinuités des cônes de diffraction, ainsi que par EBSD sur les échantillons expérimentaux. Dans

les cas favorables, les affinements de type LeBail et Rietveld permettraient d'apporter de nouvelles informations à partir des diffractogrammes mesurés. L'affinement Rietveld en particulier pourrait potentiellement quantifier les phases en présence, et en croisant ces données avec les compositions chimiques, pourrait permettre de remonter à un intervalle de température de trempe.

Afin de poursuivre la compréhension des choix de factures que sont la composition chimique, et les traitements thermiques et mécaniques, qui ont largement été discutés dans cet article, les propriétés mécaniques et vibratoires des bronzes à fort taux d'étain seront prochainement examinées. Dans cette optique, une nouvelle série d'échantillons avec différentes nuances de bronze, ainsi que différentes températures de trempe (de 600°C à 750°C, par incréments de 25°C) seront soumis à plusieurs types d'analyses. Tout d'abord, des expérimentations en vibrométrie laser sont en cours pour tenter de comprendre l'influence de la composition chimique et de la température de trempe sur le comportement vibratoire des échantillons, avec une attention particulière concernant l'amortissement. Ces mêmes échantillons seront ensuite soumis à des essais de traction, dans le but de mesurer l'impact de la température de trempe sur la ductilité des bronzes à fort taux d'étain. L'influence de la température de trempe sur la dureté des bronzes à fort taux d'étain a déjà été étudiée par T. Matsuda en 1928 [15], mais la relation entre dureté et ductilité nécessite d'être investiguée de manière plus approfondie. La mise en relation de ces différentes analyses permettra de mieux comprendre les choix de composition et de traitements thermiques des facteurs d'instruments au regard des propriétés mécaniques et vibratoires désirées pour l'alliage.

## Remerciements

Cet article et ce travail n'auraient pas pu être produits sans le soutien de la Fondation des Sciences Patrimoine, nous tenons donc à les remercier. De même, un grand merci à SOLEIL pour nous avoir permis d'utiliser le matériel de radiation synchrotron – proposal n°20240739. Nous aimerions également remercier toute l'équipe de la ligne DiffAbs, Solenn Réguer, Philippe Joly, et Dominique Thiaudière qui nous ont apporté une grande aide, et qui ont tout fait pour que les analyses se passent au mieux. Nous remercions également l'équipe de régie et de restauration du Musée de la Musique qui ont fourni un travail considérable pour l'étude du corpus d'instruments. Enfin, merci à l'équipe de newAGLAE qui ont été présentes et à l'écoute pour les analyses PIXE.

Ce travail a bénéficié d'une aide de l'État gérée par l'Agence Nationale de la Recherche au titre du programme d'investissements d'avenir intégré à France 2030, portant la référence ANR-17-EURE-0021 – École Universitaire de Recherche Paris Seine Humanités, Création, Patrimoine – Fondation des sciences du patrimoine.

## Références

- [1] S.-M. So, K.-Y. Kim, S.-J. Lee, Y.-J. Yu, H.-A. Lim, et M.-S. Oh, « Effects of Sn content and hot deformation on microstructure and mechanical properties of binary high Sn content Cu–Sn alloys », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 796, p. 140054, oct. 2020, doi: 10.1016/j.msea.2020.140054.
- [2] J. S. Park, C. W. Park, et K. J. Lee, « Implication of peritectic composition in historical high-tin bronze metallurgy », *Materials Characterization*, vol. 60, n° 11, p. 1268- 1275, nov. 2009, doi: 10.1016/j.matchar.2009.05.009.

- [3] V. C. Pigott et M. Goodway, « High-Tin Bronze Gong Making: Part One of Two », *JOM*, vol. 40, n° 3, p. 36- 37, mars 1988, doi: 10.1007/BF03258939.
- [4] M. Goodway, « High-Tin Bronze Gong Making : Part Two of Two », *JOM*, vol. 40, n° 4, p. 62- 63, avr. 1988, doi: 10.1007/BF03259026.
- [5] Edw. Jacobson, J. H. van Hasselt, et A. Toth, « The Manufacture of Gongs in Semarang », *Indonesia*, n° 19, p. 127- 172, 1975, doi: 10.2307/3350705.
- [6] M. Goodway et H. C. Conklin, *Quenched high-tin bronzes from the Philippines*. [Philadelphia, Pa.]: [Verlag nicht ermittelbar], 1987.
- [7] D. H. Shayt, « Manufacturing Secrecy: The Dueling Cymbalmakers of North America », *IA. The Journal of the Society for Industrial Archeology*, vol. 15, n° 1, p. 35- 53, 1989.
- [8] S. Srinivasan et I. G. Glover, « Wrought and quenched, and cast high-tin bronzes to Kerala State, India », *Historical metallurgy*, vol. 29, p. 69- 88, 1995.
- [9] M. Pernot et F. Montheillet, « Archéométaballurgie du fromage : le martelage des alliages à base de cuivre à l'époque protohistorique. Premiers résultats », *Rev. Met. Paris*, vol. 91, n° 5, Art. n° 5, mai 1994, doi: 10.1051/metal/199491050849.
- [10] L. Pichon, B. Moignard, Q. Lemasson, C. Pacheco, et P. Walter, « Development of a multi-detector and a systematic imaging system on the AGLAE external beam », *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol. 318, p. 27- 31, janv. 2014, doi: 10.1016/j.nimb.2013.06.065.
- [11] T. Calligaro, J.-C. Dran, H. Hamon, B. Moignard, et J. Salomon, « An external milli-beam for archaeometric applications on the AGLAE IBA facility of the Louvre museum », *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol. 136, p. 339- 343, mars 1998, doi: 10.1016/S0168-583X(97)00703-9.
- [12] K. Desjardins *et al.*, « The CirPAD, a circular 1.4M hybrid pixel detector dedicated to X-ray diffraction measurements at Synchrotron SOLEIL ».
- [13] L. Galai *et al.*, « Advancements in Non-Destructive Archaeometric Analysis of Ancient ferrous artefacts: Insights from SR-X-Ray Diffraction investigation using model alloys ».
- [14] D. A. Scott, « Metallography and Microstructure of Ancient and Historic Metals ».
- [15] T. Matsuda, « On the Quenching and Tempering of Brass, Bronze, and Aluminium Bronze », *J. Institute of Metals*, vol. 39, p. 67- 108, 1928.

**Annexe 1: Corpus d'étude du Musée de la musique**

<b>Numéro d'inventaire</b>	<b>Dénomination</b>	<b>Provenance</b>	<b>Date</b>
E.854	Gong "Kansara"	Inde	XIXe siècle
E.856	Gong "Ghari"	Inde	XIXe siècle
E.1333.1-2	Cymbales "Kartala"	Inde	XIXe siècle
E.853.1	Cymbalette "Kartal"	Inde	?
E.853.2	Cymbalette "Kartal"	Inde	?
E.01160	Gong suspendu	?	?
E.01161	Gong suspendu	?	?
DMRF-8			
E.01159	Gong suspendu		
E.2007.21.2.1-2	Cymbales chinoises	Chine?	XIXe/XXe siècle
E.2001.4.4.1-2	Cymbales "Sbug-Chal"	Tibet	Début XIXe siècle
E.995.8.25	Cymbale	Chine	XXe siècle
E.857	Cymbalettes "Kartal"	Inde	XIXe siècle
E.1499	Cymbalettes "Zang"	Iran	XIXe siècle
E.01158	Gong suspendu	?	?
E.01520	Gong	?	?
E.01521.1-2	Cymbalettes	Inde	?
E.01525.1-2	Cymbalettes	Inde	?
E.2003.2.9.1-2	Cymbales "Sanj"	Inde	XXe siècle