ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION DE LA MAÎTRISE EN GÉNIE MÉCANIQUE M. Ing.

PAR DANIEL TURNER

ÉVOLUTION MICROSTRUCTURALE DES JOINTS BRASÉS SUR L'INCONEL 718 AVEC LES ALLIAGES BNi-2 ET PALNICRO 36M

MONTRÉAL, LE 19 DÉCEMBRE 2005

© droits réservés de Daniel Turner

À mon père

CE PROJET D'APPLICATION A ÉTÉ ÉVALUÉ PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Philippe Bocher, directeur de mémoireDépartement de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Mohammad Jahazi, chercheur Centre des technologies de fabrication en aérospatiale, Montréal (Québec)

M. Michel Galopin, président du jury Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

IL A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC LE 16 MARS 2006 À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

ÉVOLUTION MICROSTRUCTURALE DES JOINTS BRASÉS SUR L'INCONEL 718 AVEC LES ALLIAGES BNI-2 ET PALNICRO 36M

Daniel Turner

SOMMAIRE

Le présent travail avait pour but d'étudier l'évolution de la microstructure des joints brasés produits à l'aide de deux alliages de brasage, le BNi-2 (AMS 4777) et le PALNICRO 36M (CPW 475) en utilisant l'inconel 718 comme substrat. Des échantillons ont été brasés pendant 10, 60 et 120 minutes, alors que d'autres ont subi des traitements de diffusion de 10 et 240 minutes suite à un brasage standard de 10 minutes. La production de joints brasés ayant l'inconel 718 comme métal de base constitue un défi particulier étant donné sa propension à l'oxydation lorsqu'il est porté à la température de brasage.

La première étape, accomplie dans cette étude, a constitué à établir une méthode de préparation de surface et une technique de brasage permettant le remplissage complet des joints et ce, de manière répétitive. Les techniques de préparation de surface telles le grenaillage, le décapage à l'acide et le nickelage ont été revues et modifiées afin de correspondre aux exigences pour l'inconel 718. Par la suite, une méthode de brasage a été mise au point de manière à éviter l'oxydation des échantillons durant le cycle de brasage et promouvoir l'écoulement de la brasure dans les joints. L'étape principale de cette étude a consisté à l'examen de la microstructure des joints brasés dans les conditions citées ci-haut. Plusieurs méthodes ont été utilisées pour caractériser les microstructures, dont la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage incluant l'analyse chimique et la prise de profils de microdureté à travers les joints brasés. Des mesures de l'écartement maximal du joint correspondant à la zone libre de structures eutectiques et de précipités (MBC) ont été prises afin de pouvoir comparer l'évolution de la microstructure entre les différentes conditions analysées.

Il a été démontré que le brasage prolongé de 60 et 120 minutes procure des résultats supérieurs aux traitements de diffusion en terme de MBC, environ 90 μ m contre 50 μ m. La microstructure de la région centrale des joints comprend généralement une zone eutectique parsemée, selon les alliages, de précipités, borures et siliciures qui remplit presque complètement les joints après un brasage de 10 minutes. Ces structures très dures, qui oscillent entre 1200 et 3000 HV, fragilisent les joints et diminuent les propriétés mécaniques. Il a également été démontré que, bien que les traitements de diffusion et de brasage prolongés réduisent le volume de ces phases dans les joints, ils ne permettent pas d'adoucir les microstructures. Seules les régions formées de solution solides des éléments du métal d'apport et du métal de base (MBC) et libres de phases eutectiques et de précipités ont une dureté égale ou inférieure au métal de base et ont par le fait même une bonne ductilité. Les résultats et constatations cités précédemment sont valables pour les deux alliages de brasage étudiés.

MICROSTRUCTURAL EVOLUTION OF BRAZE JOINTS ON INCONEL 718 WITH BRAZE ALLOYS BNi-2 AND PALNICRO 36M

Daniel Turner

ABSTRACT

The goal of the present project was to study the evolution of the braze joints microstructure produced with two braze alloys, BNi-2 (AMS 4777) and PALNICRO 36M (CPW 475) in using Inconel 718 as substrate. Test specimens were brazed for 10, 60 and 120 minutes while others were subjected to diffusion heat treatments for 10 and 240 minutes following a standard 10 minutes braze cycle. The production of brazed joints having Inconel 718 as base metal constitute a particular challenge attributable mainly to the oxidation susceptibility of this material when heated up to the brazing temperature.

The first step accomplished in conducting this study was to establish a surface preparation method and a brazing technique enabling a full braze coverage of the joints repetitively. Surface preparation techniques such as blasting, acid cleaning and nickel plating were reviewed and adapted to suit Inconel 718 particular requirements. Subsequently, a brazing method was set in order to prevent the specimens' oxidation during the braze cycle and promote molten filler metal flow in the joints. The main step of this study was the microstructural examination of the braze joints produced as mentioned above. Numerous methods were used to characterize the microstructures, namely optical microscopy, scanning electron microscopy including chemical analysis and the microhardness profiles taken across the brazed joints. Maximum brazing clearance measurements (MBC), which correspond to the joint gap free of eutectic phases and precipitates, were taken in order to compare the microstructure evolution between the different conditions analysed.

It has been demonstrated that diffusion brazing cycles of 60 and 120 minutes provide superior results than diffusion heat treatments in terms of MBC values, approximately 90 μ m instead of 50 μ m. The microstructure in the centre portion of the joints generally comprises eutectic phases with scattered precipitates, borides and silicides depending upon the alloys used, which completely fill the joints after a 10 minute braze cycle. These very hard structures, which range between 1200 and 3000 HV, cause embritlement and impair the joints mechanical properties. It has also been demonstrated that, although heat treatments and extended braze cycles reduce the volume of such phases in the joints, they do not enable softening of the microstructures. Only areas free of eutectic phases and precipitates, which are solid solutions resulting from a mix of base metal and filler metal elements (MBC) have hardnesses equal or inferior to the base metal and exhibit a certain level of ductility. The results and observations mentioned above are valid for the two braze alloys studied.

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier en premier lieu la compagnie Pratt & Whitney Canada et plus particulièrement M. Alain Bouthillier ing., sans qui ce projet n'aurait jamais vu le jour. Ses conseils et encouragements ont été une source d'inspiration tout au long de ce projet.

Je remercie également M. Philippe Bocher, Ph.D., mon directeur de thèse, pour ses conseils judicieux, ses encouragements et l'intérêt qu'il a porté au projet.

Je désire aussi remercier M. Maxime Loiselle, stagiaire de l'ÉTS, qui m'a prodigué une aide précieuse durant toute la partie expérimentale de ce projet.

Des remerciements spéciaux vont également au personnel des services de traitement de surface, de la chambre blanche et de traitement thermique puis des laboratoires de métallurgie de l'usine et d'enquêtes et matériaux, pour leur aide précieuse lors de la préparation et l'examen des éprouvettes.

Finalement, je désire remercier toute ma famille, mes enfants Alexandre, Émilie, Charles et Laurent et plus particulièrement mon épouse Hélène pour son soutien indéfectible, sa patience, son amour et sa grande compréhension tout au long de mes études. Sans elle, je n'aurais jamais pu mener à terme ce projet.

TABLE DES MATIÈRES

SOMMAIRE.		i
ABSTRACT		
REMERCIEM	IENTS	iii
TABLE DES	MATIÈRES	iv
LISTE DES T	`ABLEAUX v	iii
LISTE DES F	IGURES	ix
LISTE DES A	ABRÉVIATIONS ET SIGLES x	iv
INTRODUCT	TION	. 1
CHAPITRE 1	REVUE DE LITTÉRATURE	. 4
1.1	Le brasage en général	. 4
1.2	Mouillabilité et angle de mouillage	. 5
1.2.1	Mouillabilité	. 5
1.2.2	Angle de mouillage	. 7
1.3	Force de capillarité	. 8
1.4	L'écoulement du métal d'apport	.9
1.4.1	Eluidité du métal d'apport	. 9
1.5	Dissolution ou érosion et formation d'alliages de liaison	10
1.5.1	Dissolution ou érosion	10
1.5.2	Formation d'alliages de liaison	11
1.6	Diffusion	14
1.6.1	Modèle de diffusion classique	15
1.6.2	Traitement thermique de diffusion	16
1.7	Influence du jeu ou écartement	17
1.8	Les alliages de brasage	19
1.8.1	Alliage BNi-2 (AMS 4777)	21
1.8.2	Alliage PALNICRO 36M (CPW 475)	22
1.8.3	Refonte des joints brasés	23
1.9	Caractéristiques du métal de base	24
1.10	Préparation de surface	25
1.10.1	Décapage mécanique	26
1.10.2	Effet du fini de surface	26
1.10.3	Décapage chimique	28
1.10.4	Placage au nickel	28
1.11	Paramètres de brasage	29
1.11.1	Temps et température de brasage	30
1.12	Brasage sous vide en fournaise	30

1.12.1	Cycles de brasage et de traitement thermique	31
1.12.2	Brasage sous pression partielle de gaz inerte	32
1.12.3	Formation et stabilité des oxydes	33
1.13	Microstructure des joints brasés	34
1.13.1	Alliage BNi-2 (AMS 4777)	35
1.13.1.1	Approche thermodynamique	35
1.13.1.2	Essais de diffusion solide-liquide	37
1.13.1.3	Essais de diffusion à l'état solide	40
1.13.2	PALNICRO 36M (CPW 475)	41
1.13.2.1	Essais de diffusion solide-liquide	41
1.14	Évaluation de la qualité des joints brasés	43
1.14.1	Inspection visuelle	43
1.14.2	Microscopie optique	43
1.14.3	Microscopie électronique à balayage	43
1.15	Essais de microdureté	45
CHAPITRE 2	PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE	46
2.1	Type de montage	46
2.2	Métal de base utilisé	46
2.3	Alliages de brasage utilisés	47
2.4	Essais effectués	48
2.4.1	Essais de diffusion	48
2.4.2	Essais de brasage prolongé	49
2.5	Préparation et assemblage des échantillons	50
2.5.1	Décapage mécanique	50
2.5.2	Placage au nickel	51
2.6	Le montage utilisé	51
2.7	Brasage des échantillons	54
2.8	Inspection visuelle après brasage	57
2.9	Analyse par microscopie optique	57
2.9.1	Préparation des échantillons	57
2.9.2	Analyse microscopique	58
2.9.3	Analyse macroscopique	58
2.10	Analyse au microscope électronique à balayage (MEB)	59
2.10.1	Microscopie électronique	59
2.10.2	Analyses de composition chimique	60
2.11	Analyse de microdureté	60
2.11.1	Mesures de microdureté	61
2.11.2	Mesures des empreintes de dureté avec le MEB	62
CHAPITRE 3	RÉSULTATS DES ESSAIS ET ANALYSE	63
3.1	Mise au point d'une méthode de brasage	63
3.1.1	Alliage BNi-2 (AMS 4777)	63
3.1.2	Alliage PALNICRO 36 M (CPW 475)	64
3.2	Résultats des essais en condition « telle que brasée »	65

3.2.1	Alliage BNi-2 (AMS 4777)	65
3.2.1.1	Microscopie optique	65
3.2.1.2	Microscopie électronique à balayage (MEB)	67
3.2.1.3	Essais de microdureté	74
3.2.2	Alliage PALNICRO 36M (CPW 475)	77
3.2.2.1	Microscopie optique	78
3.2.2.2	Microscopie électronique à balayage (MEB)	80
3.2.2.3	Essais de microdureté	86
3.3	Effets d'un traitement de diffusion postbrasage de 240 minutes sur la	
	microstructure	89
3.3.1	Alliage BNi-2 (AMS 4777)	90
3.3.1.1	Microscopie optique	90
3.3.1.2	Microscopie électronique à balayage (MEB)	91
3.3.2	Alliage PALNICRO 36M (CPW 475)	93
3.3.2.1	Microscopie optique	94
3.3.2.2	Microscopie électronique à balayage (MEB)	94
3.4	Effets d'essais de brasage prolongé pour une période de 60 minutes	
	sur la microstructure	96
3.4.1	Alliage BNi-2 (AMS 4777)	97
3.4.1.1	Microscopie optique	97
3.4.1.2	Microscopie électronique à balayage (MEB)	98
3.4.2	Alliage PALNICRO 36M (CPW 475)	100
3.4.2.1	Microscopie optique	100
3.4.2.2	Microscopie électronique à balayage (MEB)	102
3.5	Effets d'essais de brasage prolongé pour une période de 120 minutes	
	sur la microstructure	104
3.5.1	Alliage BNi-2 (AMS 4777)	104
3.5.1.1	Microscopie optique	104
3.5.1.2	Microscopie électronique à balayage (MEB)	105
3.5.2	Alliage PALNICRO 36M (CPW 475)	106
3.5.2.1	Microscopie optique	106
3.5.2.2	Microscopie électronique à balayage (MEB)	107
3.6	Effet des traitements thermiques et du brasage prolongé sur la	
	microdureté	109
3.7	Comparaison et analyse des résultats dimensionnels	110
3.7.1	Traitement thermique de diffusion	111
3.7.2	Brasage prolongé	112
3.8	Examen des mauvais échantillons	114
3.9	Lien entre la microscopie optique et la microscopie électronique	117
DISCUSSION	N	118
CONCLUSIC	DN	127
RECOMMAN	NDATIONS	133

ANNEXES

1 : Fontionnement d'une fournaise sous vide 136
2: Exemple de recette type utilisée pour le brasage sous pression partielle
d'argon de l'alliage BNi-2140
3 : Recette de brasage type originale utilisée pour le brasage sous vide poussé de
l'alliage BNi-2
4: Recette type utilisée pour le brasage sous pression partielle d'argon de
l'alliage CPW 475 144
5: Tableaux des analyses de composition chimique obtenues pour les deux
alliages de brasage utilisés qui correspondent aux différentes conditions
évaluées dans le cadre de cette étude 146
6 : Guide d'identification des microstructures évaluées par microscopie optique 155
BIBLIOGRAPHIE

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I	Relation entre le niveau de vide et la pression appliquée	. 35
Tableau II	Composition chimique des alliages de brasage mentionnés dans les études, principaux éléments et intervalles de fusion	138
Tableau III	Analyses chimiques, Inconel 718 brasé avec l'alliage BNi-2, condition "telle que brasée"	147
Tableau IV	Analyses chimiques, Inconel 718 brasé avec l'alliage CPW 475, condition "telle que brasée"	148
Tableau V	Analyses chimiques, Inconel 718 brasé avec l'alliage BNi-2, condition "diffusion 240 minutes"	149
Tableau VI	Analyses chimiques, Inconel 718 brasé avec l'alliage CPW 475, condition "diffusion 240 minutes"	150
Tableau VII	Analyses chimiques, Inconel 718 brasé avec l'alliage BNi-2, condition "brasage 60 minutes"	151
Tableau VIII	Analyses chimiques, Inconel 718 brasé avec l'alliage CPW 475, condition "brasage 60 minutes"	152
Tableau IX	Analyses chimiques, Inconel 718 brasé avec l'alliage BNi-2, condition "brasage 120 minutes"	153
Tableau X	Analyses chimiques, Inconel 718 brasé avec l'alliage CPW 475, condition "brasage 120 minutes"	154

LISTE DES FIGURES

Figure 1	Représentation d'un joint brasé type (Adapté de Brazing Handbook, 1991)5
Figure 2	Forces agissant lorsqu'une goutte de liquide mouille un solide selon le modèle classique (Adapté de Schwartz, 2003)6
Figure 3	Forces agissant lorsqu'une goutte de liquide ne mouille pas un solide selon le modèle classique (Adapté de Schwartz, 2003)7
Figure 4	Schéma représentant le changement progressif de composition et déplacement de l'interface lorsque le métal d'apport en fusion mouille le métal de base, suivi de la solidification isotherme (Adapté de Roberts, 2004)
Figure 5	Exemple de dissolution de formation d'alliage de liaison pour un alliage de brasage or-nickel (Adapté de Humpston et al., 1993)13
Figure 6	Amélioration de la MBC en fonction de traitements thermiques de diffusion de joints brasés avec l'alliage BNi-2 (Adapté de Lugscheider et al., 1983)
Figure 7	Résistance d'un joint brasé en fonction du jeu ou écartement (Adapté de Schwartz, 2003)19
Figure 8	Schéma représentant différentes possibilités de cycles de brasage et traitements thermiques pouvant être développés dans une fournaise sous vide (Adapté de Brazing Handbook, 1991)31
Figure 9	Échelle des énergies libres de formation des oxydes selon Gibbs (Adapté de Humpston et al., 1993)33
Figure 10	Valeur de MBC pour un échantillon en « V » brasé avec l'alliage BNi-2 10 min. à 1040 ⁰ C (1904 ⁰ F) (Adapté de Lugscheider et al., 1983)
Figure 11	Relation entre le temps de brasage et la valeur de MBC pour un échantillon en « V » brasé avec l'alliage BNi-2 à différentes températures (Adapté de Lugscheider et al., 1983)
Figure 12	Schéma illustrant les régions affectées par le faisceau d'électrons généré par un MEB (Adapté de Humpston et al., 1993)44
Figure 13	Schéma représentant le montage en « V » utilisé pour l'expérimentation (pas à l'échelle)52

Figure 14	Seringue utilisée pour l'application de l'alliage de brasage	.53
Figure 15	Échantillon prêt à braser sur son support en graphite	.54
Figure 16	Fournaise horizontale sous vide utilisée pour le brasage des échantillons	.55
Figure 17	Microstructure type près du centre d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2	.66
Figure 18	Microstructure type en début d'eutectique dans un joint brasé avec l'alliage BNi-2	.67
Figure 19	Microstructure MEB type montrant l'aspect général d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2. Les numéros servent à identifier les différentes régions analysées.	.68
Figure 20	Microstructure MEB type de la zone eutectique centrale d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2.	.68
Figure 21	Microstructure MEB type montrant l'eutectique ternaire d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2.	.69
Figure 22	Microstructure MEB type illustrant l'interface métal d'apport-métal de base et la zone de diffusion d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2	69
Figure 23	Microstructure MEB type illustrant l'aspect général de la région début d'eutectique (MBC) d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2.	72
Figure 24	Microstructure MEB type illustrant la microstructure en début d'eutectique d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2	72
Figure 25	Microstructure MEB type montrant la zone de diffusion située en début d'eutectique pour un joint brasé avec l'alliage BNi-2	73
Figure 26	Profil de dureté de la zone centrale d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 dans la condition « telle que brasée »	75
Figure 27	Microstructure MEB type montrant des empreintes de microdureté dans différentes phases pour un joint brasé avec l'alliage BNi-2	76
Figure 28	Profil de dureté en début d'eutectique dans un joint brasé avec l'alliage BNi-2 dans la condition « telle que brasée »	77
Figure 29	Microstructure type près du centre d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475.	79
Figure 30	Microstructure type prise en début d'eutectique dans un joint brasé avec l'alliage CPW 475	79
Figure 31	Microstructure MEB type montrant l'ensemble d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475. Les numéros servent à identifier les différentes régions analysées	80

Figure 32	Microstructure MEB type de la zone eutectique centrale d'un joint brasé avec l'alliage CPW 47581
Figure 33	Microstructure MEB type illustrant l'interface métal d'apport-métal de base et la zone de diffusion d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475
Figure 34	Microstructure MEB type illustrant l'aspect général de la région début d'eutectique (MBC) d'un joint brasé avec l'alliage CPW 47584
Figure 35	Microstructure MEB type illustrant la microstructure en début d'eutectique d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475
Figure 36	Microstructure MEB type montrant la zone de diffusion située en début d'eutectique pour un joint brasé avec l'alliage CPW 47585
Figure 37	Profil de dureté de la zone centrale d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 dans la condition « telle que brasée »
Figure 38	Microstructure MEB type montrant des empreintes de microdureté dans différentes phases pour un joint brasé avec l'alliage CPW 47588
Figure 39	Profil de dureté en début d'eutectique dans un joint brasé avec l'alliage CPW 475 dans la condition « telle que brasée »
Figure 40	Microstructure MEB type montrant l'aspect général d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 après un traitement de diffusion de 240 min92
Figure 41	Microstructure MEB type montrant la zone eutectique centrale d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 après un traitement de diffusion de 240 min92
Figure 42	Microstructure MEB type illustrant l'aspect général de la région début d'eutectique (MBC) d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 suite à un traitement de diffusion de 240 min93
Figure 43	Microstructure MEB type montrant l'ensemble d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 suite à un traitement de diffusion de 240 min95
Figure 44	Microstructure MEB type illustrant la zone eutectique centrale d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 suite à un traitement de diffusion de 240 min
Figure 45	Microstructure MEB; précipités dans la zone d'interface métal d'apport-métal de base d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 suite à un traitement de diffusion de 240 min96
Figure 46	Microstructure type près du centre d'un joint brasé pendant 60 min. avec l'alliage BNi-298
Figure 47	Microstructure MEB type montrant l'aspect général d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 après un brasage prolongé de 60 min

Figure 48	Microstructure MEB type montrant la zone eutectique centrale d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 après un brasage prolongé de 60 min99
Figure 49	Microstructure MEB type montrant la région début d'eutectique (MBC) d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 suite à un brasage prolongé de 60 min100
Figure 50	Microstructure type près du centre d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 suite à un brasage prolongé de 60 min101
Figure 51	Microstructure MEB type montrant l'ensemble d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 suite à un brasage prolongé de 60 min102
Figure 52	Microstructure MEB type illustrant la zone eutectique centrale d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 suite à un brasage prolongé de 60 min
Figure 53	Microstructure MEB; précipités dans la zone d'interface métal d'apport-métal de base d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 suite à un brasage prolongé de 60 min103
Figure 54	Microstructure MEB type montrant l'aspect général d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 après un brasage prolongé de 120 min105
Figure 55	Microstructure MEB type montrant la zone eutectique centrale d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 après un brasage prolongé de 120 min106
Figure 56	Microstructure MEB type montrant l'ensemble d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 suite à un brasage prolongé de 120 min108
Figure 57	Microstructure MEB type illustrant la zone eutectique centrale d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 suite à un brasage prolongé de 120 min
Figure 58	Profil de dureté en début d'eutectique pour un joint brasé avec l'alliage CPW 475 dans la condition « brasage prolongé 120 min. »110
Figure 59	Valeurs de MBC en fonction des temps de diffusion pour les matériaux d'apport BNi-2 et CPW 475111
Figure 60	Profondeur de diffusion en fonction des temps pour les alliages de brasage BNi-2 et CPW 475112
Figure 61	Valeurs de MBC en fonction des temps de brasage pour les matériaux d'apport BNi-2 et CPW 475113
Figure 62	Profondeur de diffusion en fonction des temps de brasage pour les matériaux d'apport BNi-2 et CPW 475114

Figure 63	Micrographie illustrant l'écoulement du métal d'apport pour un joint brasé avec l'alliage BNi-2 sur une surface grenaillée à l'oxyde d'aluminium
Figure 64	Micrographie illustrant l'écoulement du métal d'apport pour un joint brasé avec l'alliage CPW 475 sur une surface grenaillée au carbure de silicium
Figure 65	Micrographie illustrant l'écoulement du métal d'apport pour un joint brasé avec l'alliage BNi-2 sur une surface grenaillée avec un alliage de nickel
Figure 66	Micrographie illustrant l'écoulement du métal d'apport pour un joint brasé avec l'alliage CPW 475 sur une surface grenaillée avec un alliage à base de nickel
Figure 67	Schéma représentant une fournaise sous vide à parois froides incluant ses composantes (Adapté de Schwartz, 2003)137
Figure 68	Micrographie identifiant les principales structures présentes dans un joint brasé avec l'alliage BNi-2 (grossissement initial 200 X)157
Figure 69	Micrographie identifiant les principales structures présentes dans la région eutectique d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 (grossissement initial 500 X)157
Figure 70	Micrographie montrant la zone de diffusion d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 (grossissement initial 500 X)158
Figure 71	Micrographie identifiant les principales structures présentes dans un joint brasé avec l'alliage CPW 475 (grossissement initial 200 X)159
Figure 72	Micrographie identifiant les principales structures présentes dans la région eutectique d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 (grossissement initial 500 X)
Figure 73	Micrographie montrant la zone de diffusion d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 (grossissement initial 500 X)160

LISTE DES ABRÉVIATIONS ET SIGLES

γsl	Tension de surface entre un solide et un liquide (N•m ⁻¹)
$\gamma_{\rm LV}$	Tension de surface entre un liquide et l'atmosphère (N•m ⁻¹)
γsv	Tension de surface entre un solide et l'atmosphère (N•m ⁻¹)
θ	Angle de mouillage
F _c	Force de capillarité (N/m)
R	Coefficient de diffusion
Α	Facteur déterminé expérimentalement (m ² /s)
k	Constante de Boltzmann (J/(K•mol))
Т	Température de fusion (K)
Q	Énergie d'activation pour la diffusion (J/mol)
MBC	Largeur du joint libre de structures eutectiques (Maximum Brazing
	Clearance)
$ heta^*$	Angle de mouillage effectif
r	Coefficient de rugosité
HV	Dureté Vickers
CPW 475	Notation interne de PWC pour le PALNICRO 36M
Ø	Diamètre

INTRODUCTION

Le brasage est une technique d'assemblage très répandue dans l'industrie aéronautique pour la production de composantes de turbine à gaz. Un grand nombre de pièces ont souvent soit une ou plusieurs sous composantes qui sont brasées alors que d'autres, tels les injecteurs de carburant, sont entièrement assemblés par brasage. Certaines pièces qui requièrent des propriétés mécaniques élevées ainsi qu'une bonne résistance à l'oxydation à haute température sont fabriquées de superalliages de nickel. Les éléments d'alliage présents dans la composition de ces matériaux leur procurant les propriétés recherchées peuvent devenir un obstacle au brasage. L'aluminium et le titane, en autres éléments, forment des films d'oxydes réfractaires tenaces adhérant fortement au métal de base lorsque ce dernier est porté à la température de brasage, ce qui nuit grandement au mouillage et à l'écoulement de la brasure dans le joint. Il en résulte des difficultés accrues pour produire des joints intègres lors du brasage initial et un taux de reprises élevé.

Les difficultés particulières de brasage associées aux superalliages de nickel, notamment l'inconel 718, a justifié son utilisation comme métal de base pour les essais de brasage effectués dans le cadre de cette étude. Les alliages les plus fréquemment utilisés en production chez Pratt & Whitney Canada, soit le BNi-2 (AMS 4777) et le PALNICRO 36M (CPW 475), ont été sélectionnés pour le brasage. Ces deux alliages à base de nickel contiennent du bore et du silicium, deux éléments d'alliage permettant l'abaissement de leurs températures de fusion respectives qui autrement seraient trop élevées pour permettre le brasage de l'inconel 718. La présence de ces éléments entraîne cependant la formation de précipités intermétalliques fragilisant certaines régions des joints brasés, notamment la partie centrale contenant l'eutectique, surtout lorsqu'il y a une grande quantité de métal d'apport soit dû à un écartement très large ou à la présence d'un cordon.

C'est dans ce contexte que ce projet, qui avait pour but la caractérisation des différentes microstructures présentes dans les joints brasés produits avec les deux alliages de brasage mentionnés précédemment, ayant l'inconel 718 comme métal de base, a été initié. La connaissance des paramètres permettant un brasage adéquat et répétitif de même que la caractérisation des microstructures qui se forment en fonction de l'écartement du joint et des conditions de brasage et/ou de traitement thermiques, deviennent des données essentielles pour le design et la production des joints brasés de bonne qualité. La présente étude a donc d'abord été orientée vers le développement d'une méthode permettant le brasage complet des échantillons dès la première tentative. Par la suite, la microstructure de joints brasés pendant une période standard de 10 minutes a été comparée à des échantillons ayant subis des traitements thermiques de diffusion et des cycles de brasage prolongé. Les traitements de diffusion et le brasage prolongé sont des méthodes permettant de modifier la microstructure des joints brasés, respectivement par diffusion à l'état solide et par diffusion à l'état liquide et solide. Les modifications attendues se situent au niveau de l'écartement maximal du joint qu'il est possible d'obtenir sans qu'il y ait présence de phases et précipités intermétalliques fragiles.

Une revue de littérature couvrant le brasage en général et les microstructures produites par les deux alliages de brasage utilisés suite à des traitements thermiques et des cycles de brasage prolongé est présentée au chapitre 1. Les différents concepts théoriques reliés à la théorie du brasage ayant été utilisés pour mener à terme l'étude y sont brièvement abordés. Le nombre d'études réalisées par différents chercheurs sur la microstructure des alliages de brasage démontre que le BNi-2 et autres alliages de la même famille ont fait l'objet d'une grande quantité d'évaluations tandis que celles traitant de l'alliage CPW 475 sont très peu nombreuses. Ces études ont servies de base pour le présent travail.

Le chapitre 2 décrit la procédure expérimentale suivie lors des travaux qui ont mené à la production et à l'analyse des échantillons réalisés dans le cadre de cette étude. Le type de montage de même que les méthodes d'analyses utilisées y sont décrites. Lorsque pertinent, la justification des choix effectués est mentionnée.

Le chapitre 3 présente les principaux résultats obtenus suite aux différents essais effectués en accord avec la description présentée au chapitre 2. Les microstructures et précipités observés pour chaque alliage de brasage sont identifiés et caractérisés en fonction de l'écartement du joint, de leurs répartitions à l'intérieur de ce même joint et des différents traitements thermiques de diffusion et de brasage prolongés auxquels ont été soumis les assemblages. La microstructure du métal de base, notamment celle de la zone de diffusion, a également été répertoriée toujours en fonction des conditions de traitement qu'ont subit les assemblages. Des profils de microdureté ont été réalisés à travers les joints brasées à des écartements donnés afin d'établir une corrélation avec les différentes structures observées.

Les dernières parties de ce mémoire comprennent entre autre une section où les résultats du chapitre 3 sont brièvement repris sous forme de discussion, suivent ensuite les principales conclusions et recommandations tirées de l'analyse des résultats obtenus suite aux différents types d'essais effectués. La partie recommandations comprend quelques propositions pour de futurs travaux de recherche.

CHAPITRE 1

REVUE DE LITTÉRATURE

Le brasage est un art très ancien dont les vestiges remontent à l'époque pharaonique. Depuis ses débuts lointains, le brasage a considérablement évolué pour devenir de nos jours une science et une méthode d'assemblage très utilisée dans de nombreux domaines. Un des domaines d'application les plus critiques est celui de l'aéronautique, où de nombreuses composantes de turbines à gaz sont assemblées par brasage. Les normes de qualité imposées pour la production des joints brasés de ces pièces sont telles qu'elles deviennent un puissant incitatif pour forcer l'amélioration des techniques actuelles et le développement de nouvelles méthodes de brasage.

La revue de littérature qui est présentée dans les pages qui suivent ne se veut pas une revue exhaustive sur le brasage, mais plutôt un survol des concepts généraux ayant servis à la réalisation de cette étude, de même qu'une revue plus pointue de travaux réalisés par différents chercheurs sur l'évolution de la microstructure des joints brasés.

1.1 Le brasage en général

Il convient d'établir une distinction entre les deux principaux types de brasage qui existent, soit le brasage tendre et le brasage fort. La manière la plus simple de différencier ces méthodes se détermine en fonction du point de fusion de l'alliage de brasage. Toute opération de brasage dont le point de fusion de l'alliage se situe audessus de 450 °C (840 °F) appartient au domaine du brasage fort (Humpston et al., 1993; Schwartz, 2003; Brazing Handbook, 1991; Roberts, 2004). Cette catégorie englobe toutes les applications dont il sera question dans cette étude. Dorénavant, toute référence au terme brasage dans ce document renverra au brasage fort. Le brasage effectué à haute température produit une interaction plus ou moins grande selon l'alliage de brasage utilisé entre ledit alliage qui est en fusion, donc à l'état liquide, et le métal de base. Cette interaction agit sur les différents phénomènes chimiques et physiques tels l'énergie de formation des phases, les forces de capillarité et l'écoulement de la brasure menant à la formation du joint brasé (figure 1).



Figure 1 Représentation d'un joint brasé type (Adapté de Brazing Handbook, 1991)

1.2 Mouillabilité et angle de mouillage

1.2.1 Mouillabilité

Un modèle classique élaboré il y a près de 200 ans par Thomas Young est encore utilisé de nos jours pour représenter les interactions qui se produisent entre un liquide et un solide. Le modèle classique établit une relation entre les tensions de surface d'un liquide et celle d'un solide (γ_{SL}) le liquide et l'atmosphère (γ_{LV}) et entre le solide et l'atmosphère (γ_{SV}) selon l'équation 1 suivante (Humpston et al., 1993) :

$$\gamma_{SL} = \gamma_{SV} - \gamma_{LV} \cos(\Theta) \tag{1.1}$$

La surface d'un liquide agit en tant que pellicule élastique recouvrant le liquide, si bien qu'elle est alors sous tension. La tension de surface γ se définit comme une force

agissant à angle droit par rapport à la surface. Lorsque l'angle de mouillage θ diminue, la surface de la goutte de liquide augmente, ce qui accroît l'énergie libre totale de la surface du liquide. La force d'activation pour le mouillage devient donc γ_{SV} . γ_{SL} et la force d'opposition $\gamma_{LV} \cos \theta$ (Humpston et al., 1993; Schwartz, 2003). La figure 2 illustre le phénomène.



Figure 2 Forces agissant lorsqu'une goutte de liquide mouille un solide selon le modèle classique (Adapté de Schwartz, 2003)

Bien qu'il ne soit pas précis à cause d'hypothèses amenant à considérer qu'il n'y a ni interaction entre le liquide et le solide ni changement dans la composition chimique du métal de base et de l'alliage de brasage dans le temps, ce modèle constitue néanmoins une bonne manière de représenter les phénomènes de mouillage et d'étalement de la brasure.

Lorsque la surface du solide est contaminée et qu'il ne peut se former un contact intime entre les phases à réunir, le mouillage ne peut se produire ($\gamma_{SV} < \gamma_{LV}$), car γ_{SL} est plus grand que γ_{SV} et γ_{LV} . Il se forme alors un angle de mouillage qui tend vers 180^{0} accompagné d'une réduction des forces d'attraction, tel qu'illustré à la figure 3. Le manque de mouillage se traduit par l'incapacité du liquide à pénétrer une surface et les aspérités des joints de grains. Concurremment, il se produit également un manque d'étalement du liquide (Schwartz, 2003).



Figure 3 Forces agissant lorsqu'une goutte de liquide ne mouille pas un solide selon le modèle classique (Adapté de Schwartz, 2003)

1.2.2 Angle de mouillage

En pratique, le mouillage et l'étalement d'un liquide se produisent lorsque le liquide couvre complètement la surface du solide. Ceci se produit lorsque l'angle de mouillage θ s'approche de 0 degré. On considère généralement qu'un angle de mouillage ayant environ 10⁰ est optimal pour le brasage (Humpston et al., 1993). La valeur du cosinus de l'angle de mouillage, tel que représenté par l'équation 2, est vue comme étant une mesure de la qualité du mouillage :

$$\cos\theta = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}} \tag{1.2}$$

On peut réduire la valeur de l'angle de mouillage en agissant sur les variables de l'équation comme suit :

- Augmenter γ_{SV;}
- Réduire γ_{SL;}
- Réduire γ_{LV.}

Concrètement en brasage, afin de maximiser le terme γ_{SV} , tension de surface solide-vapeur, on doit s'assurer de bien nettoyer la surface du matériau en éliminant

toute vapeur adsorbée, poussière et films de surface provenant d'éléments non métalliques. Une augmentation de la rugosité de surface améliore significativement la valeur de γ_{SV} .

Le terme γ_{SL} , qui représente la tension de surface solide-liquide, demeure constant à température fixe. Il est donc possible de réduire la valeur de ce paramètre en augmentant la température de brasage, car ce dernier varie fortement en fonction de la température.

Le terme γ_{LV} , qui représente la tension de surface liquide-vapeur, demeure constant à température fixe. Ce paramètre est sensible aux changements de composition et de pression de l'atmosphère de brasage. Donc, plus le vide est poussé plus sa valeur diminue (Humpston et al., 1993).

Dans le présent travail, les concepts théoriques énoncés dans cette section ont été utilisés et interprétés afin d'optimiser le brasage des échantillons. L'angle de mouillage a pu être évalué dans le cas d'échantillons dont le remplissage des joints n'était pas complet.

1.3 Force de capillarité

La capillarité est le phénomène par lequel la tension de surface attire l'alliage de brasage en fusion entre deux plaques parallèles formant un joint. Lorsque l'angle de mouillage θ est inférieur à 90⁰, l'effet des énergies de surface crée une force de capillarité positive qui force l'alliage de brasage à remplir le joint. Pour une paire de plaques parallèles immergées dans un liquide, la force de capillarité vaut :

$$F_C = 2\gamma_{LV}\cos\theta \tag{1.3}$$

Compte tenu des hypothèses du modèle classique pour le mouillage, l'équation 3 donne seulement une approximation de la réalité (Schwartz, 2003; Humpston et al., 1993). Il

faut tenir compte que lors du brasage il se produit des réactions complexes entre l'alliage de brasage et le métal de base qui conduisent généralement à l'érosion du métal de base et à la formation de composés intermétalliques.

1.4 L'écoulement du métal d'apport

Différents auteurs considèrent que les propriétés d'écoulement du métal d'apport sont fonction de la force de capillarité, tout en étant également significativement influencées par la viscosité, la gravité, la formation d'alliages de liaison entre le métal d'apport et le métal de base, la densité du métal d'apport en fusion, la géométrie du joint, la présence de film d'oxydes, la rugosité de surface et la température de brasage. La température de brasage a une influence très grande sur la viscosité et l'écoulement du métal d'apport, ces propriétés peuvent être améliorés d'une manière significative en augmentant la température de brasage, (Schwartz, 2003; Brazing Handbook, 1991). Selon des analyses effectuées à l'aide de modèles complexes, les vitesses d'écoulement du métal d'apport dans un joint semblent être de l'ordre de 0,3 à 0,7 m/s, de sorte que le temps de remplissage du joint se fait presque instantanément et le temps de brasage n'a donc que très peu d'influence sur l'écoulement du métal d'apport.

1.4.1 Fluidité du métal d'apport

La fluidité des matériaux d'apport se trouve généralement accrue lorsque ces derniers sont des alliages eutectiques ou ont un intervalle de solidification restreint. Les alliages qui ont un grand intervalle solidus-liquidus sont généralement plus visqueux, par conséquent ils possèdent aussi un intervalle de composition très large et leur écoulement est plus lent. Dans le dernier cas, il y aura plus de possibilités de formation d'alliages de liaison avec le métal de base étant donné le temps de contact plus long avec l'alliage semi-liquide lors du chauffage (Humpston et al., 1993). Ceci rend ces alliages plus

pâteux diminuant davantage la force de capillarité et réduisant, par le fait même, l'écoulement et augmentant les risques de liquation (le phénomène sera défini à la section suivante). Ceci explique en partie les différences de comportement notées entre les deux alliages de brasage utilisés dans cette étude, le PALNICRO 36M (CPW 475) et le BNi-2, qui seront décrits dans des sections subséquentes.

1.5 Dissolution ou érosion et formation d'alliages de liaison

Les phénomènes de dissolution ou érosion et de formation d'alliages de liaison sont considérés, par la majorité des auteurs consultés, comme étant les éléments de base permettant le mouillage et l'écoulement du métal d'apport en fusion dans les joints brasés (Schwartz, 2003; Humpston et al., 1993; Brazing Handbook, 1991; Roberts, 2004). Ces phénomènes sont le résultat de mécanismes complexes liés à l'énergie d'activation des matériaux en cause et contrôlés par la diffusion (Humpston et al., 1993). En effet, une augmentation de la température permet la diffusion d'une plus grande quantité de bore de l'alliage de brasage vers le métal de base, ce qui cause chez celui-ci un abaissement local du point de fusion et, par le fait même, une augmentation du taux de dissolution. Le rôle de la dissolution et de la formation d'alliages de liaison est par conséquent d'importance capitale en brasage.

1.5.1 Dissolution ou érosion

Pour que le métal d'apport en fusion puisse mouiller la surface du métal de base, il faut que se dissolve une infime couche du métal de base avec lequel le métal d'apport en fusion est en contact. Le métal d'apport en fusion continuera à dissoudre une certaine quantité de métal de base pendant toute la période de mouillage et d'écoulement (Roberts, 2004). La vitesse avec laquelle la dissolution ou l'érosion se produit est très rapide et s'amenuise lorsque la concentration du métal de base dissout atteint la concentration d'équilibre du milieu selon le diagramme de phase et que commence la solidification isotherme (figure 4). Il est intéressant de noter que l'équilibre est atteint après seulement quelques secondes aux températures de brasage et que le phénomène cesse rapidement pendant la période de temps allouée pour le brasage.

Lorsque la diffusion à l'état solide du bore contenu dans l'alliage de brasage, vers le métal de base, se produit, la dissolution est pratiquement terminée. La solidification isotherme, phénomène qui résulte des changements de compositions chimiques se produisant dans le joint, débute par la suite engendrant un accroissement de la température de solidification du métal d'apport. La dissolution est régie par la diffusion à l'état solide-liquide. En effet, ce sont les atomes du métal de base qui se dissolvent à l'interface du métal d'apport en fusion et du métal de base, et qui diffusent dans le nouvel alliage qui vient de se former. On note que la diffusion à l'état solide se produit environ 20 fois plus lentement qu'à l'état liquide (Humpston et al., 1993; Roberts, 2004; Wu et al., 2000).



Figure 4 Schéma représentant le changement progressif de composition et déplacement de l'interface lorsque le métal d'apport en fusion mouille le métal de base, suivi de la solidification isotherme (Adapté de Roberts, 2004)

1.5.2 Formation d'alliages de liaison

Le phénomène de formation d'alliages de liaison est lié de près à la dissolution du métal de base durant le processus de mouillage. Un nouvel alliage se forme alors que

l'équilibre chimique s'établit localement dans la zone de dissolution, tel que déterminé par le diagramme de phase pour les alliages en présence. Il faut noter que cette augmentation de la température solidus-liquidus a aussi pour effet de réduire sérieusement la fluidité du métal d'apport et la force de capillarité laquelle cause l'écoulement de ce dernier dans le joint (Humpston et al., 1993). Dans de pareilles conditions, il existe un risque bien réel que le métal d'apport puisse même se solidifier à la température de brasage sans que le joint ait eu le temps de se remplir complètement.

Un exemple simplifié illustrant la formation d'un alliage de liaison pour un alliage or-nickel est présenté à la figure 5. On remarque dans ce cas que pour un alliage de brasage ayant une composition nominale de 50 % de nickel (ligne pointillée au centre du diagramme) la dissolution du métal de base causée par le contact avec l'alliage de brasage en fusion a amené la formation d'un nouvel alliage qui, une fois solidifié, contient 70 % de nickel. En effet, lorsque le métal d'apport est porté au-dessus de la température du liquidus et jusqu'à la température de brasage de 1350 °C, l'alliage en fusion commence à dissoudre le métal de base (*dissolution du substrat*), et la composition chimique se modifie pour tendre vers l'équilibre qui correspond à la ligne tracée horizontalement jusqu'à l'intersection du liquidus. À ce moment, si le temps de brasage est suffisamment long, le nouvel alliage formé pourra contenir jusqu'à 70 % de nickel (*composition de la brasure solide*). L'intervalle de solidification de ce nouvel alliage s'en est trouvé modifié et la température du liquidus a augmenté de 120 °C (266 °F).



Figure 5 Exemple de dissolution de formation d'alliage de liaison pour un alliage de brasage or-nickel (Adapté de Humpston et al., 1993)

Un des aspects positifs résultant de la formation d'alliages de liaison est l'augmentation de la température de refusion, 120 ^oC dans l'exemple précédent, qui peut améliorer les propriétés mécaniques du joint tout en permettant de pouvoir procéder au rebrasage sans qu'il y ait risque de refonte du joint initial. En contrepartie, la formation exagérée d'alliages de liaison est toujours accompagnée d'une grande dissolution ou érosion et peut amener la formation de composés intermétalliques fragiles pouvant être néfastes, surtout si les précipités s'agglomèrent près des interfaces métal de base-métal d'apport (Schwartz, 2003; Humpston et al., 1993).

On remédie généralement aux problèmes de dissolution excessive et de formation d'alliages de liaison en minimisant, dans un premier temps, les intractions métal d'apport-métal de base. Ceci s'effectue en utilisant une température de brasage aussi basse que possible et un temps de brasage court, en restreingnant le volume de métal d'apport en fusion et en appliquant une couche de nickel qui agira comme barrière à la surface des pièces. Dans un deuxième temps, on pourra sélectionner un métal d'apport dont les réactions avec le métal de base feront augmenter rapidement la température du liquidus vers la composition de celle du métal de base (Humpston et al., 1993; Schwartz, 2003).

Il existe un autre problème potentiel associé de près à la formation d'alliages de liaison : la liquation. La liquation se produit lorsque le métal d'apport commence à fondre juste au-dessus de sa température de solidus et que la partie du liquide qui n'a pas la composition nominale est drainée dans le joint par la force de capillarité, laissant derrière un composé à plus haut point de fusion non fondu. La phase liquide riche en éléments fondants du métal d'apport s'étant dispersée dans le joint, le composé restant possède un plus haut point de fusion. Il ne fondra pas lorsque la température du liquidus de la composition nominale sera atteinte, mais plutôt à une température plus élevée, ce qui laissera éventuellement une structure squelettique solide à l'entrée du joint.

Pour les alliages de brasage qui ont un intervalle de fusion très large, le phénomène de liquation peut se produire lors de la montée en température de l'assemblage. Ceci est particulièrement vrai pour l'alliage CPW 475 qui contient beaucoup d'éléments fondants, tels le bore et le silicium. La liquation peut être minimisée en chauffant rapidement l'assemblage à braser dans l'intervalle solidus-liquidus et en utilisant des alliages de brasage possédant un intervalle de solidification très restreint, comme l'alliage BNi-2 (Humpston et al., 1993; Schwartz, 2003).

1.6 Diffusion

La diffusion se définit comme étant un processus par lequel des éléments d'alliage provenant du métal d'apport pénètrent dans le métal de base. Ce processus joue un rôle important une fois que les phénomènes de dissolution et de formation d'alliages de liaison décrits précédemment sont complétés. La diffusion est un phénomène essentiel pour la formation de liens métallurgiques conduisant à la production de joints brasés de bonne qualité. Il est recommandé d'utiliser des matériaux d'apport qui peuvent diffuser et former rapidement des alliages de liaison (Schwartz, 2003). Il faut aussi tenir compte de la norme AMS 2675 qui limite la diffusion d'éléments d'alliage de substitution tels le chrome, le nickel, etc. à 102 μ m (0,004 po.) dans le métal de base (SAE International, AMS, 2002), sans doute pour minimiser la formation de composés intermétalliques pouvant fragiliser le métal de base.

1.6.1 Modèle de diffusion classique

Le modèle classique utilisé pour décrire le phénomène de diffusion à l'état solide entre deux solides est une relation exponentielle du type Arrhénius. Le coefficient de diffusion est grandement influencé par les coefficients de diffusion du matériau en cause. Le coefficient de diffusion R s'exprime par la relation suivante :

$$R = A \exp\left(\frac{-Q}{kT}\right) \tag{1.4}$$

où A correspond à un facteur déterminé expérimentalement pour chaque couple de matériaux de base, k à la constante de Boltzmann, Q à l'énergie d'activation pour la diffusion et T à la température absolue. La température de brasage et le temps de maintien de même que les paramètres de traitements thermiques subséquents au brasage ont une grande influence sur la diffusion. La solidification d'un alliage de brasage constitue un cas classique où apparaissent des gradients locaux de composition chimique durant le refroidissement. Ceci donne lieu à la ségrégation de certains éléments d'alliage qui entraînent la formation de structures eutectiques et précipités intermétalliques et où la diffusion joue un rôle important dans l'évolution de la microstructure du joint brasé (Humpston et al., 1993).

1.6.2 Traitement thermique de diffusion

Le moyen communément employé pour homogénéiser la microstructure des joints brasés consiste à effectuer des traitements thermiques de diffusion, généralement à une température voisine de la température de liquidus de l'alliage de brasage. On remarque que selon la relation 1.4, l'efficacité du traitement de diffusion augmente de manière exponentielle avec la température en modifiant le rapport Q sur T. Selon Humpston et al. (1993), une augmentation d'environ 10 % du coefficient de diffusion R se traduit par une réduction d'un facteur dix du temps de diffusion. Humpston et al. (1993) et Lee et al. (2003) mentionnent que la diffusion rapide de certains éléments du métal d'apport, tel le bore, vers le métal de base peut aussi causer l'apparition de porosités dites de Kirkendall, qui se forment lors de la diffusion non symétrique de certains éléments à travers l'interface métal d'apport-métal de base. En effet, le bore étant un très petit atome, il peut diffuser beaucoup plus rapidement vers le métal de base que le chrome, le fer, le nickel et le silicium qui ont des rayons atomiques plus grands. Par conséquent, des lacunes se forment à l'interface pendant le traitement thermique.

Bien que selon les modèles classiques la diffusion augmente surtout en fonction de la température (Humpston et al., 1993), certaines études ont démontré qu'il est possible d'améliorer d'une manière sensible la microstructure des joints brasés en effectuant des traitements thermiques postbrasage d'une durée de 60 et 120 minutes avec l'alliage BNi-2 (AMS 4777) à des températures inférieures à la température de brasage (Lugscheider et al., 1979 et 1983). Ces chercheurs ont remarqué une amélioration de la microstructure et un accroissement significatif de la largeur de joint libre de structures eutectiques (MBC). La MBC est passée de 40 μ m (0.0015 po.), état tel que brasé, à 80 μ m (0.003 po.) après traitement thermique de 60 minutes. Un temps de traitement de 120 minutes n'a apporté qu'une amélioration supplémentaire minime. Les chercheurs ont de plus remarqué que les résultats étaient presque indépendants de la température de traitement thermique, ce qui semble être quelque peu en désaccord avec la théorie de

diffusion (figure 6). Ou et al. (2003), Lee et al. (2003) ont également étudié les effets des traitements thermiques de diffusion sur les alliages BNi-3 et BNi-2, mais à des temps de maintien de 24, 48, 72, 120 et 144 heures. Bien qu'ils aient obtenus des résultas valables, la méthode n'est pas intéressante pour l'industrie étant donné la longueur des temps de traitement. Tous les auteurs cités ci-haut ont utilisé le concept de MBC comme critère pour quantifier l'amélioration des joints brasés.



Figure 6 Amélioration de la MBC en fonction de traitements thermiques de diffusion de joints brasés avec l'alliage BNi-2 (Adapté de Lugscheider et al., 1983)

1.7 Influence du jeu ou écartement

Tous les auteurs consultés reconnaissent en le jeu ou écartement des surfaces à joindre l'un des paramètres les plus importants en brasage (Humpston et al., 1993; Schwartz, 2003; Roberts, 2004; Brazing Handbook, 1991). Il est reconnu que le jeu a une influence considérable sur les propriétés mécaniques du joint ainsi que sur la capacité de l'alliage de brasage à remplir ce même joint par capillarité. En général, plus l'écartement est petit plus la force de capillarité s'accroît, ce qui facilite le remplissage uniforme du joint. La facilité de remplissage d'un joint est donc fonction des propriétés du métal d'apport, des propriétés physiques du joint et des paramètres de brasage. Un plus grand jeu favorise les réactions métallurgiques de dissolution et de formation d'alliages déjà décrites. Conséquemment, un grand jeu peut causer une augmentation de la viscosité, de l'angle de mouillage et de la tension de surface ce qui occasionne une réduction des forces de capillarité et en plus, la possibilité de présence de porosités et de précipités intermétalliques s'accroît. Un joint étroit, entre 0,026 et 0,080 mm (0,001 – 0,003 po.), requiert un alliage de brasage ayant une bonne fluidité, donc un alliage de brasage eutectique ou un alliage qui a un intervalle de fusion très étroit, comme le BNi-2 par exemple. Pour un assemblage ayant un écartement plus grand, un métal d'apport plus pâteux comme le CPW 475 sera plus efficace. Il s'agira alors d'augmenter ou de réduire la température de brasage pour obtenir un écoulement adéquat selon le type de joint à remplir (Humpston et al., 1993; Brazing Handbook, 1991).

De manière générale, il est reconnu qu'il est très avantageux de maintenir le jeu à la valeur minimale possible pour la production des pièces afin d'obtenir de meilleures propriétés métallurgiques et mécaniques (figure 7). La majorité des auteurs s'entendent qu'en pratique la valeur maximale du jeu ne devrait pas dépasser approximativement 0,10 mm (0,004 po.), alors que la valeur minimale devrait se situer aux environs de 0,025 mm (0,001 po.) pour optimiser les propriétés mécaniques (Humpston et al., 1993; Brazing Handbook, 1991; Schwartz, 2003).



Figure 7 Résistance d'un joint brasé en fonction du jeu ou écartement (Adapté de Schwartz, 2003)

Le remplissage complet de joints longs ayant de grands écartements, tels que ceux proposés dans cette étude, représente un réel défi et constitue une bonne approche pour pouvoir étudier l'évolution des différents phénomènes pouvant se produire durant le brasage.

1.8 Les alliages de brasage

Les alliages de brasage le plus couramment utilisés dans l'industrie aéronautique pour les superalliages de nickel sont ceux à base de nickel, car ces derniers doivent posséder d'excellentes propriétés de résistance à la corrosion et de tenue à chaud. De plus, ces alliages de brasage sont particulièrement indiqués pour le brasage en fournaise à haute température étant donné qu'ils ne contiennent pas d'éléments d'alliage ayant une tension de vapeur élevée tels le plomb, l'étain et le cadmium; tous des éléments qui risqueraient de s'évaporer avant d'atteindre la température de brasage. Les alliages à base de nickel possèdent donc certaines caractéristiques essentielles pour le brasage sous vide à haute température dont une basse tension de vapeur, une température de solidus excédant
778 0 C (1432 0 F) ainsi qu'une température de brasage au-dessus de 800 0 C (1475 0 F) (Schwartz, 2003; Roberts, 2004). De manière générale, pour pouvoir effectuer un bon brasage, l'alliage de brasage doit être compatible avec le métal de base et, pour ce faire, posséder certaines caractéristiques telles que :

- Posséder une bonne mouillabilité avec le métal de base utilisé;
- Posséder un intervalle de solidification et une bonne fluidité afin de pouvoir remplir uniformément le joint par capillarité;
- Avoir une composition suffisamment homogène pour éviter la liquation;
- Pouvoir former des joints brasés possédant des propriétés mécaniques satisfaisant l'application;
- Pouvoir réagir ou non avec le métal de base;
- Ne pas produire de réactions résultant en la formation de phases fragiles concentrées près des interfaces où dans des zones critiques du joint;
- Ne pas causer l'érosion excessive du métal de base;
- Produire des joints à des températures ne dégradant pas les propriétés du métal de base (Schwartz, 2003; Brazing Handbook, 1991).

Les deux alliages à base de nickel mentionnés précédemment ont un point principal en commun : ils contiennent du bore et du silicium; deux éléments qui en plus d'abaisser le point de fusion de l'alliage, agissent sur l'accroissement la mouillabilité et l'écoulement de la brasure dans le joint. Ceci constitue un atout, car ces alliages peuvent être utilisés pour braser des superalliages de nickel à des températures correspondant mieux à leur température de mise en solution. La présence de bore, qui diffuse rapidement dans le métal de base, provoque également une augmentation de la température de refonte des joints après brasage initial, rendant possible le rebrasage sans qu'il y ait refonte complète de ces derniers. En contrepartie, le bore et le silicium ont tendance à former des composés intermétalliques qui fragilisent les joints brasés avec le nickel, le chrome et le cobalt (Schwartz, 2003; Brazing Handbook, 1991; Roberts, 2004).

1.8.1 Alliage BNi-2 (AMS 4777)

L'alliage de brasage BNi-2 est souvent utilisé pour des applications à haute température aux environs de 980 0 C (1800 0 F) de manière continue et jusqu'à 1200 0 C (2190 0 F) par intermittence. Ses propriétés particulières sont attribuées à la résistance à la corrosion et à l'oxydation à chaud du nickel. L'espacement typique recommandé entre les membrures d'un joint devant être brasé avec l'alliage BNi-2 est de 0,03 à 0,10 mm (0,001 à 0,004 po.) (Schwartz, 2003).

Le bore et le silicium contenus dans cet alliage de brasage peuvent causer une fragilisation intergranulaire et la formation de borures et siliciures dans le joint même suite à la réaction avec des éléments du métal de base, ce qui peut réduire la ductilité du joint et sa résistance à l'impact. L'érosion de pièces à parois minces, telles les structures en nids d'abeilles, peut être sévère avec le BNi-2 étant donné que cet alliage interagit rapidement avec le métal de base. Dans de tels cas, le temps et la température doivent être très bien contrôlés (Humpston et al., 1993; Schwartz, 2003; Brazing Handbook, 1991; Roberts, 2004).

L'alliage BNi-2 est parmi les alliages de brasage les plus fréquemment utilisés dans l'industrie pour plusieurs raisons, dont son bas coût. On l'incorpore dans des assemblages qui sont utilisés pour des applications à haute température et soumis à des niveaux élevés de contraintes étant donné qu'il possède de bonnes propriétés mécaniques. Cet alliage quasi eutectique a un écoulement très fluide, car il n'y a que $28 \, {}^{\circ}C$ (50 ${}^{\circ}F$) séparant le solidus du liquidus, qui sont respectivement de 972 et 1000 ${}^{\circ}C$ (1780 – 1830 ${}^{\circ}F$). L'intervalle de température suggéré pour le brasage du BNi-2 se situe entre 1010 et 1177 ${}^{\circ}C$ (1850 – 2150 ${}^{\circ}F$), alors que la température recommandée se situe aux environs de 1050 ${}^{\circ}C$ (1925 ${}^{\circ}F$). La composition chimique de l'alliage de brasage BNi-2 est comme suit : 82 % Ni; 2,5 – 3,5 % Fe; 6,0 – 8,0 % Cr; 2,75 – 3,5 % B; 4,0 – 5,0 % Si (Schwartz, 2003; Brazing Handbook, 1991; Roberts, 2004).

1.8.2 Alliage PALNICRO 36M (CPW 475)

L'alliage de brasage PALNICRO 36M ou CPW 475 est un alliage nickel-palladium contenant 36 % de palladium qui a été développé conjointement vers la fin des années 1970 par Pratt & Whitney America, Pratt & Whitney Canada (PWC) et le fabriquant Wesgo Metals principalement pour effectuer le brasage des superalliages de nickel à durcissement structural, tel l'inconel 718, à des températures correspondant à sa plage de mise en solution. Il faut préciser que la désignation CPW 475 correspond à l'appellation de PWC et que cette dernière est utilisée dans ce document uniquement afin d'alléger le texte. L'addition de palladium, de bore et de silicium a permis d'abaisser considérablement les températures de solidus et liquidus de l'alliage, soit légèrement en-deçà de la température de mise en solution de l'inconel 718 qui se situe entre 955 et 1010 $^{\circ}$ C (1750 – 1850 $^{\circ}$ F). Le palladium, bien qu'il confère une bonne mouillabilité aux alliages à base de nickel, augmente d'une manière prohibitive le coût de ces derniers, ce qui tend à limiter leur utilisation.

Tout comme pour l'alliage BNi-2, la présence de bore et de silicium dans l'alliage CPW 475 le rend susceptible à la formation de précipités intermétalliques qui peuvent fragiliser certaines régions du joint, en particulier, la partie centrale contenant l'eutectique et les zones où se retrouvent des quantités excessives de métal d'apport, notamment celles formant les cordons (Roberts, 2004; D'Silva, 1979). Généralement, les alliages de brasage à base de nickel et de palladium possèdent plusieurs caractéristiques intéressantes, dont une bonne mouillabilité, une interaction réduite avec les alliages à base de nickel, une bonne ductilité, une résistance élevée et une bonne résistance à l'oxydation (Brazing Handbook, 1991).

L'alliage PALNICRO 36M (CPW 475) a un intervalle de solidification très large avec des températures de solidus et liquidus de 821 et 955 0 C (1510 – 1750 0 F) alors que la température de brasage communément utilisée se situe aux environs de 995 0 C

(1825 ⁰F). La composition chimique de cet alliage de brasage est comme suit : 50 % Ni; 35 - 37 % Pd; 9,5 - 11,5 % Cr; 2,5 - 3,25 % B; 0,25 - 1,0 % Si (Schwartz, 2003; Brazing Handbook, 1991; Roberts, 2004; D'Silva, 1979).

Il faut noter que l'alliage PALNICRO 36M (CPW 475) a été très peu étudié étant donné qu'une compagnie l'avait breveté et qu'il est demeuré peu utilisé à cause de son coût élevé. Il est pratiquement absent de la littérature scientifique. Il est cependant très utilisé pour le brasage d'une grande variété d'assemblages ayant de grands écartements. Il semble bien convenir à de telles applications, sans doute à cause de sa plus grande viscosité résultant d'un intervalle de fusion plus large, le rendant plus pâteux.

1.8.3 Refonte des joints brasés

La possibilité de refonte des joints brasés est particulièrement dommageable lorsque le brasage doit être suivi d'un traitement thermique, diffusion, mise en solution ou autre, ou q'une autre opération de brasage doit être effectuée. En général, pour des alliages de brasage contenant du bore, si ce dernier a diffusé, la température de refonte devrait se situer à environ 55 ⁰C (100 ⁰F) au-dessus de la température originale de brasage. La température de refonte des joints dépend des variables suivantes, qui ont toutes une influence sur la diffusion du bore vers le métal de base, lorsqu'elles augmentent :

- L'écartement du joint et/ou volume de métal d'apport plus grand, diminution du taux de diffusion du bore;
- Température de brasage à la hausse, augmentation de la diffusion du bore;
- Temps de brasage plus long, accroissement de la diffusion du bore;
- Niveau de solubilité accrue entre le métal de base et le métal d'apport, amplification de la diffusion du bore (Schwartz, 2003).

Par contre, si un métal d'apport contenant du bore est brasé pour un temps très bref de 2 à 3 minutes par exemple, la température de refonte devrait se situer aux environs de la température originale de brasage puisque le bore n'aura pas eu le temps de diffuser dans le métal de base. Au cours de cette étude, il a été remarqué que des joints brasés pouvaient refondre partiellement si ils étaient traités thermiquement à des températures dépassant le solidus des pâtes à braser étant donné les grandes valeurs d'écartement utilisées et volumes de métal d'apport correspondants.

1.9 Caractéristiques du métal de base

Les essais de brasage de cette étude ont été effectués en utilisant l'inconel 718 (AMS 5596) comme métal de base. Ce matériau est un superalliage de nickel composé des éléments suivants : 50 - 55 % Ni; 17 - 21 % Cr; 4,75 - 5,5 % Nb; 2,8 - 3,3 % Mo; approximativement 20 % Fe; environ 2 % Al et Ti combinés; 0,08 % C. Le rôle des principaux éléments d'alliage revêt de l'intérêt étant donné qu'il se produit des réactions dans la zone de diffusion du métal de base lors du brasage. Leur rôle est comme suit :

- Le carbone forme des carbures avec le Ti et le Nb qui tendent à précipiter aux joints de grains de la matrice γ, ce qui contribue à améliorer la résistance au fluage intergranulaire;
- Le nickel contribue à la résistance à l'oxydation à chaud et améliore la limite élastique jusqu'à une concentration d'environ 53 %;
- Le chrome améliore également la résistance à l'oxydation;
- Le molybdène augmente la résistance de la matrice via le durcissement par solution solide;
- Le niobium intervient dans la formation des précipités durcissants γ'', la dureté et pour augmenter la limite élastique jusqu'à une concentration d'environ 5 %;
- Le titane et l'aluminium contribuent à la formation des précipités γ' (Ni₃(Ti, Al)), et dans une moindre mesure aux précipités γ'' (Ni₃Nb) (Slama et al., 1997).

Cet alliage est principalement utilisé dans la fabrication des pièces de turboréacteurs étant donné ses excellentes propriétés de résistance à l'oxydation à chaud jusqu'à 982 ⁰C (1800 ⁰F), au fluage et à la rupture sous tension jusqu'à 704 ⁰C (1300 ⁰F). La présence d'éléments d'alliage, tels l'aluminium et le titane, contribue à la formation rapide d'une couche d'oxyde protectrice à la surface du matériau lorsqu'il est chauffé. Ceci constitue un problème de taille pour le brasage, car les oxydes d'aluminium et de titane réfractaires se formant à la surface du métal de base inhibent le mouillage et réduisent l'écoulement de la brasure dans le joint. C'est pourquoi seule une préparation de surface spéciale telle le nickelage, méthode qui sera décrite ultérieurement, permet le brasage de ces alliages avec une bonne répétabilité (Schwartz, 2003; Brazing Handbook, 1991; SAE International, AMS, 1999).

Il est important de noter qu'il faut prendre certaines précautions lorsqu'on procède au brasage ou au traitement thermique de l'inconel 718 afin de ne pas dépasser sa température normale de mise en solution qui est de 955 ^oC (1750 ^oF). Il y a alors un risque de grossissement de grain et de perte de propriétés mécaniques de cet alliage qu'il serait sera impossible de régénérer par traitement thermique par la suite (Schwartz, 2003).

1.10 Préparation de surface

Il est reconnu que la propreté des surfaces à braser est un élément essentiel pour l'obtention de joints brasés de qualité. Les surfaces des composantes à braser doivent être exemptes de films de surface non métallique et de couches d'oxydes métalliques pour que l'alliage de brasage puisse mouiller convenablement la surface puis s'allier au métal de base et ainsi former un joint intègre et sans défaut. La présence de contaminants, tels la graisse, l'huile, résidus de liquide pénétrant fluorescent, etc., peut causer l'apparition de manques de brasage, de porosités, d'inclusions et d'écoulement non uniforme de la brasure dans le joint. La préparation de surface de certains matériaux, tel l'inconel 718, qui sont relativement difficiles à braser en raison de la formation d'oxydes d'aluminium (Al_2O_3) et de titane (TiO_2) très stables sur leurs surfaces, requière l'utilisation de deux méthodes de nettoyage, soit la voie mécanique et la voie chimique (Humpston et al., 1993; Schwartz, 2003; Brazing Handbook, 1991).

1.10.1 Décapage mécanique

L'enlèvement de calamine et de films d'oxydes de toutes sortes doit être effectué à l'aide de moyens mécaniques. Plusieurs méthodes existent, dont le meulage, le limage, l'usinage et le brossage métallique. Tous les ouvrages consultés mentionnent l'importance d'un bon décapage et insistent sur la nécessité d'éviter l'utilisation du brunissage et autres méthodes de projection qui risqueraient d'encastrer les oxydes de surface plutôt que de les enlever. Les recommandations abondent également qu'il faille éviter à tout prix l'utilisation de matériaux non métalliques de grenaillage, tels l'oxyde d'aluminium, l'oxyde de zirconium, le carbure de silicium et la silice. Ces matériaux créent une barrière réfractaire qui restreint le mouillage et l'écoulement de la brasure et laissent des inclusions non métalliques diminuant les propriétés mécaniques des joints (Roberts, 2004; Schwartz, 2003; Brazing Handbook, 1991).

Pour le décapage mécanique avant brasage, il convient plutôt d'utiliser des matériaux abrasifs tels la grenaille d'acier inoxydable et de verre ou d'alliages à base de nickel (Schwartz, 2003). Un matériau fragmenté est généralement plus efficace qu'un matériau sphérique (Roberts, 2004).

1.10.2 Effet du fini de surface

Le fini de surface est de première importance pour promouvoir et améliorer la mouillabilité ainsi que l'écoulement du métal d'apport. La rugosité de la surface réduit l'angle de mouillage effectif θ^* , où θ^* est relié à l'angle de mouillage θ , l'angle de

mouillage pour une surface lisse, selon la relation suivante :

$$\cos\theta^* = r\cos\theta \tag{1.5}$$

avec

$$r = \frac{aire\ de\ la\ surface\ rugueuse}{aire\ de\ la\ surface\ lisse}$$

Une surface rugueuse ou qui possède de fins canaux contribue à accroître les forces de capillarité (voir équation 1.3) entre le métal de base et l'alliage de brasage en fusion. Une réduction de l'angle de mouillage et une surface rugueuse améliore également l'écoulement et l'étalement du métal d'apport sur toute la surface du joint (Humpston et al., 1993).

Dans des cas particuliers, il est possible de favoriser grandement l'écoulement du métal d'apport en produisant de fines rainures orientées dans la direction désirée de l'écoulement soit par usinage, moletage ou autres méthodes. Lugscheider et al. (1979), qui ont étudié l'influence du fini de surface de joints brasés dont la surface avait été meulée en laissant des rainures profondes de 15 μ m (590 μ po.) dans la direction de l'écoulement, ont observé une amélioration significative de la couverture de brasage des propriétés mécaniques des joints. Ils ont aussi évalué des surfaces meulées dans la direction opposée à l'écoulement ou mixte (sens de l'écoulement et travers) et n'ont noté dans ces cas, aucune amélioration des propriétés des joints. Au contraire, ce type de préparation a causé l'apparition de défauts de mouillage. Roberts (2004) mentionne que l'utilisation de microrainures de profondeur variant entre 1,6 et 25 μ m (63 – 985 μ po.), pratiquées dans le sens de l'écoulement, améliore le mouillage.

Bien que pour certaines applications particulières le rainurage soit approprié, il est généralement recommandé d'utiliser une surface préparée par grenaillage utilisant un médium métallique propre compatible avec le métal de base. Dans ce cas, la rugosité de

surface recommandée selon Schwartz (2003) et la norme AMS 2675 (SAE International, AMS, 2002) devrait se situer entre 0,8 et 3,2 μ m (32 – 125 μ po.). Ce sont ces valeurs qui ont été utilisées pour effectuer les essais de cette étude.

La rugosité de surface résultant des opérations de grenaillage améliore le mouillage et une explication de ce phénomène est proposée par Humpston et al. (1993). Selon eux, le fini de surface que procure le grenaillage est préféré à d'autres méthodes étant donné que la surface préparée à l'aide de ce procédé est très anguleuse et que les changements soudains de morphologie des grains à la surface du matériau sont bénéfiques. Ils causent entre autre un affaiblissement de la couche d'oxydes à ces endroits en formant des discontinuités qui permettent au métal de base en fusion de s'infiltrer sous cette couche d'oxydes et de la déloger pour mouiller le métal de base.

1.10.3 Décapage chimique

Le décapage chimique est l'une des deux méthodes les plus utilisées pour la préparation des surfaces avant brasage. Le décapage chimique sert à enlever les dépôts solides et semi-solides, les graisses et huiles de coupe et à augmenter la rugosité de surface des pièces, améliorant ainsi le mouillage et la capillarité (Schwartz, 2003).

1.10.4 Placage au nickel

Le placage au nickel ou nickelage électrolytique consiste à déposer une couche très mince de nickel pur sur les surfaces à braser afin d'améliorer la mouillabilité, l'écoulement du métal d'apport et prévenir l'oxydation du métal de base avant et pendant l'opération de brasage (Brazing Handbook, 1991). Le nickelage est utilisé en tant que préparation de surface avant brasage dans le cas des superalliages de nickel contenant des pourcentages significatifs d'aluminium et de titane. En général, l'épaisseur de placage recommandée est fonction de la composition chimique du métal

de base à braser. Le dépôt de nickel électrolytique est considéré comme une barrière étant donné qu'il ne fond pas à la température de brasage, ayant un point de fusion élevé (1453 °C, ou 2647 °F), soit celui du nickel (Schwartz, 2003). Il protège donc la surface du métal de base durant tout le cycle thermique de brasage en empêchant la régénération d'une couche d'oxydes complexes. La couche de nickel en contact avec l'alliage de brasage en fusion va être dissoute comme une partie du métal de base durant le mouillage.

La couleur gris clair du placage après le cycle de brasage est un bon indice que l'épaisseur de nickel protége suffisamment le métal de base (Brazing Handbook, 1991; Schwartz, 2003). La littérature fait également référence à l'utilisation du nickelage électrolytique comme moyen de limiter l'interaction entre les éléments du métal d'apport et ceux du métal de base et, par conséquent, la formation d'intermétalliques fragiles (Humpston et al., 1993; Brazing Handbook, 1991).

Une fois toutes les étapes de décapage et de nettoyage complétées, les pièces doivent être protégées et gardées dans un endroit isolé du reste de l'usine où l'atmosphère est contrôlée : la chambre blanche. En règle générale, les pièces doivent être traitées aussi rapidement que possible.

1.11 Paramètres de brasage

Les paramètres du procédé ont une grande importance sur la réussite ou l'échec du brasage. La température et le temps de brasage employés de même que la précision de contrôle de la fournaise sont parmi les principaux paramètres ayant un impact direct sur la qualité des joints brasés.

1.11.1 Temps et température de brasage

Il est normalement de bonne pratique de maintenir la température de brasage aussi basse que possible tout en maintenant un bon mouillage et un bon écoulement du métal d'apport dans les joints. Le brasage à la température la plus basse possible permet d'économiser l'énergie, de minimiser les risques de distorsion des pièces et la croissance de grains, de réduire les possibilités de dissolution excessive du métal de base non désirée et la formation d'alliages (voir section1.5) ainsi que de prolonger la vie des équipements (Brazing Handbook, 1991; Schwartz, 2003).

La température de liquidus est considérée comme étant la température minimale qu'il est possible d'utiliser si l'on désire s'assurer d'un bon écoulement du métal d'apport dans les joints brasés (Brazing Handbook, 1991). De manière générale, la température de brasage devrait être légèrement supérieure à la température de liquidus du métal d'apport par environ 14 à 111 ^oC (25 à 200 ^oF) selon la norme AMS 2675 (SAE International, AMS, 2002).

1.12 Brasage sous vide en fournaise

Le brasage sous vide s'est grandement développé durant les dernières décennies surtout à cause de l'avènement de nouveaux alliages à base de nickel requérant un environnement de brasage sous atmosphère inerte et sans utilisation de flux désoxydants, et grâce au progrès technologiques qui s'est produit au niveau du design des équipements, les rendant aptes à rencontrer toutes les exigences de ces nouveaux alliages. Une description du fonctionnement d'une fournaise sous vide incluant des précisions concernant les niveaux de vide utilisés est présentée à l'annexe 1.

1.12.1 Cycles de brasage et de traitement thermique

Dans une fournaise sous vide, les pièces sont généralement traitées par lots, ce qui permet de bien adapter les recettes aux besoins des différentes pièces. La figure 8 qui suit illustre un certain nombre de cycles et combinaisons de cycles thermiques qu'il est possible de produire dans une fournaise sous vide (Brazing Handbook, 1991).



Figure 8 Schéma représentant différentes possibilités de cycles de brasage et traitements thermiques pouvant être développés dans une fournaise sous vide (Adapté de Brazing Handbook, 1991)

On remarque que de nombreuses variantes peuvent être produites par la modification des vitesses de chauffe et de refroidissement, la combinaison par exemple d'un cycle de brasage et d'un traitement thermique et la variation des temps de maintien à différents moments des cycles (voir les cycles a à f, figure 8). Les cycles b, c, d et e ont été utilisés lors de la mise au point des recettes de brasage, le cycle f n'a pas été utilisé comme tel pour les traitements de diffusion, car il est préférable de refroidir complètement les

pièces afin de vérifier la qualité du brasage avant d'investir du temps dans des traitements thermiques.

1.12.2 Brasage sous pression partielle de gaz inerte

Techniquement, comme le vide n'est pas absolu, cette méthode de brasage se catégorise comme étant une atmosphère contrôlée et chimiquement inerte, car le vide peut être combiné avec des gaz inertes. Une caractéristique importante de fonctionnement d'une fournaise dite sous vide est qu'elle peut opérer sous vide partiel ou pression partielle en y introduisant durant le cycle un gaz inerte tel l'argon. Le brasage sous vide avec atmosphère de pression partielle de gaz inerte est largement utilisé lorsqu'il y a des risques de vaporisation d'éléments légers contenus soit dans le métal de base ou la pâte à braser et pour éliminer les gaz qui peuvent causer l'oxydation des pièces et compromettre le mouillage et l'écoulement de la brasure lors du brasage à haute température. Les gaz contaminants en question peuvent provenir de différentes sources dont les parois de la fournaise, les supports en graphite, les pièces et la pâte à braser et éventuellement de fuites (Roberts, 2004). Des gaz très purs, tels l'argon, l'azote ou l'hydrogène sont couramment utilisés au besoin pour injection dans la fournaise. Les pressions couramment utilisées sont de l'ordre de 200 à 500 microns (0,2 à 0,5 Torr) et à l'intérieur de cette gamme, toutes possibilités de vaporisation sont écartées. La pression partielle est normalement maintenue durant toute la partie du cycle de brasage jusqu'à ce que le refroidissement ou trempe s'amorce, moment à partir duquel la fournaise peut être complètement remplie de gaz inerte, argon ou azote (Brazing Handbook, 1991). Sakamoto (1983) a étudié la mouillabilité de plusieurs couples métal de base-métal d'apport sous atmosphère inerte avec une pression partielle d'argon lors du brasage sous vide. Parmi les différents matériaux testés, on retrouve l'inconel 718 et l'alliage de brasage BNi-2. Les résultats obtenus montrent qu'il est possible d'obtenir un mouillage et un écoulement du métal d'apport équivalent à celui obtenu avec un vide poussé de 1×10^{-5} Torr en utilisant une pression partielle d'argon de 1000 microns ou 1 Torr. Un

angle de mouillage de 14 degrés a été déterminé lors des essais de brasage impliquant l'alliage BNi-2. Le chercheur a aussi noté une légère augmentation de la couverture de brasage ou écoulement de la brasure en augmentant le débit de gaz tout en maintenant la même pression de 1 Torr.

1.12.3 Formation et stabilité des oxydes

De manière générale, il est admis que lorsqu'un métal propre est chauffé à des températures voisines des températures communément utilisées en brasage, sa surface peut former des oxydes métalliques si l'atmosphère contient des traces d'oxygène. Des surfaces oxydées ne mouillent pas bien et sont généralement très difficiles à braser.

Les oxydes de chrome, de titane et d'aluminium que l'on retrouve à la surface des superalliages de nickel, tel l'inconel 718, sont parmi les plus stables étant donné leurs niveaux d'énergie de formation très bas (figure 9). Les valeurs négatives les plus élevées correspondent aux oxydes les plus stables (Humpston et al., 1993). Ceci explique pourquoi ils sont tellement difficiles à dissocier.

Élément	Oxyde	Énergie libre de formation (kJ/mol O ₂)				
Gold	Au ₂ O ₃	+111				
Silver	Ag ₂ O	22				
Lead	PdO	-38				
Copper	CuO	-180				
••	Cu ₂ O	-333				
Nickel	NiO	-432				
Iron	FeO	488				
	Fe ₂ O ₃	493				
	Fe ₃ O ₄	506				
Tin	SnO ₂	-518				
Indium	In ₂ O ₃	622				
Chromium	Cr ₂ O ₃	697				
Titanium	TiO ₂	-912				
Aluminum	Al ₂ O ₃	-1048				
Beryllium	BeO	1163				
Magnesium	MgO	-1138				

Figure 9 Échelle des énergies libres de formation des oxydes selon Gibbs (Adapté de Humpston et al., 1993)

Selon Humpston et al. (1993), le taux d'oxydation double approximativement pour chaque tranche d'augmentation de température de 25 ${}^{0}C$ (45 ${}^{0}F$). Les oxydes stables s'épaississent progressivement et deviennent de plus en plus tenaces au fur et à mesure que la température augmente, d'où l'importance d'avoir une atmosphère protectrice chimiquement inerte lors du cycle de brasage.

1.13 Microstructure des joints brasés

Il est bien connu que le principal problème avec la microstructure des joints brasés produits avec des métaux d'apport à base de nickel contenant du bore et du silicium tels le BNi-2 et le CPW 475, est causé par la présence de phases eutectiques et de composés intermétalliques durs et fragiles. Ces structures sont très peu ductiles et ont des propriétés mécaniques généralement très inférieures à celles du métal de base. Deux méthodes reposant sur les principes de diffusion à l'état solide et solide-liquide sont généralement utilisées pour tenter de modifier les microstructures : les traitements thermiques de diffusion qui implique la diffusion à l'état solide, et le brasage prolongé qui fait appel à la diffusion à l'état liquide et solide étant donné que le processus se produit alors que l'alliage n'est pas complètement solidifié et qu'il contient toujours une phase liquide. Les sections qui suivent vont faire le point sur l'état actuel des recherches et résultats obtenus par différents chercheurs pour améliorer la microstructure des joints brasés et ce, indépendamment des méthodes de diffusion ou de brasage utilisées. Plusieurs travaux ont été effectués en utilisant des alliages de brasage de la même famille que le BNi-2, tels de BNi-1, BNi-1a et BNi-3, mais ayant des compositions légèrement différentes (voir tableau I qui suit).

Tableau I

Composition chimique des alliages de brasage mentionnés dans les études : principaux
éléments et intervalles de fusion (Schwartz, 2003)

Désignation AWS		Con	Intervalle de fusion ⁰ C (⁰ F)				
	Cr	В	Si	Fe	С	Solidus	Liquidus
BNi-1	13,0-15,0	2,75-3,50	4,0-5,0	4,0-5,0	0,6-0,9	975 (1790)	1035 (1900)
BNi-1a	13,0-15,0	2,75-3,50	4,0-5,0	4,0-5,0	0,06	975 (1790)	1035 (1900)
BNi-3		2,75-3,50	4,0-5,0	0,5	0,06	980 (1800)	1035 (1900)
BNi-2	6,0-8,0	2,75-3,50	4,0-5,0	2,5-3,5	0,06	970 (1780)	1000 (1830)

1.13.1 Alliage BNi-2 (AMS 4777)

Au fil des ans, de nombreux chercheurs ont étudié la microstructure de l'alliage de brasage BNi-2 pour identifier les différentes microstructures présentes et comprendre leurs cinétiques de formation et de transformation. Cet intérêt est sans doute le résultat de sa grande popularité dans l'industrie étant donné son très bas coût.

1.13.1.1 Approche thermodynamique

Lebaili et al. (1987) ont étudié l'aspect théorique de la formation de phases dans les alliages ternaires Ni-B-Si afin d'identifier les phases en présence à différentes températures et déterminer leurs compositions. L'étude a porté principalement sur la formation de l'eutectique ternaire. Ils ont démontré que la première solidification à haute température des alliages riches en nickel amène la formation de trois phases eutectiques Ni(α) - Ni₃B - Ni₆Si₂B. Ils ont aussi démontré qu'en fin de solidification à la température ambiante et suite à plusieurs décompositions à l'état solide, l'eutectique

ternaire se compose des trois phases suivantes : $Ni(\alpha)$ - Ni_3Si et Ni_3B (nickel pur, siliciures de nickel et borures de nickel).

Tung et al. (1996), en étudiant l'évolution de la microstructure d'alliages de brasage riches en nickel, ont pu établir le chemin de solidification pour l'alliage BNi-2. Ils ont déterminé que la première phase à solidifier durant le brasage lors de la solidification isotherme, donc immédiatement après la fin de la dissolution, était la phase γ -nickel. Au début de la solidification, des dendrites de γ -nickel apparaissent à partir des interfaces métal d'apport-métal de base. Il se produit alors un enrichissement du liquide en bore, silicium et chrome et lorsque le refroidissement débute et que la solidification continue, l'eutectique binaire composé de γ -nickel et de borures de nickel (Ni₂B) se forme tout en enrichissant davantage le liquide en chrome. Après solidification additionnelle, l'eutectique binaire composé cette fois de γ -nickel et de borures de chrome (CrB) se forme à son tour. La dernière partie de liquide, très riche en silicium, se transforme en eutectique ternaire composé de γ -nickel, siliciures de nickel et borures de nickel (Ni(γ) -Ni₃Si - Ni₃B). Les phases en présence, une fois l'alliage solidifié à la température ambiante, comprennent donc une phase γ -nickel, des siliciures de nickel et borures de nickel (Ni(γ) - Ni₃Si - Ni₃B) et des borures de chrome (CrB). L'appellation γ -nickel dans ce cas signifie la même phase que α -nickel mentionné précédemment.

Une étude effectuée par Jang et al. (2003) sur les effets de l'accroissement du pourcentage de silicium dans l'alliage BNi-2 a confirmé les résultats obtenus par Tung et al. (1996) concernant les quatre phases présentes en fin de solidification. L'étude a aussi démontré qu'au fur et à mesure que le pourcentage de silicium augmente, la morphologie des précipités Ni₃Si, petits et fragmentés au départ, s'agglomèrent pour former une structure angulaire plus grossière.

1.13.1.2 Essais de diffusion solide-liquide

Il est admis que la présence de phases eutectiques et de précipités a un impact significatif sur les propriétés des joints brasés. Dans l'optique d'une approche pratique, plusieurs chercheurs ont effectués des travaux visant à établir une valeur de jeu maximale d'assemblage pour lequel le joint brasé devient libre de structures eutectiques après brasage. Le compte rendu qui suit fait état de ces recherches.

Lugscheider et al. (1983) dans une étude basée sur l'utilisation de temps de brasage prolongés a proposé le concept d'écartement maximal libre d'eutectique (MBC) qui correspond à l'écartement maximal correspondant à la fin de la présence de structures eutectiques dans le joint brasé en forme de coin ou « V » (voir figure 10). Ils ont noté une augmentation significative de la valeur de la MBC en prolongeant le brasage de l'alliage BNi-2 de 10 à 60 minutes, soit de 32 μ m (0,0013 po.) à 60 μ m (0,0023 po.), pour une température de brasage standard de 1040 ^oC (1904 ^oF) dans une fournaise sous vide (voir figure 11).



Figure 10 Valeur de MBC pour un échantillon en « V » brasé avec l'alliage BNi-2 10 min. à 1040 ⁰C (1904 ⁰F) (Adapté de Lugscheider et al., 1983)



Figure 11 Relation entre le temps de brasage et la valeur de MBC pour un échantillon en « V » brasé avec l'alliage BNi-2 à différentes températures (Adapté de Lugscheider et al., 1983)

D'autres travaux de recherche effectués par Sakamoto et al. (1989), Wu et al. (2001) et Ou et al. (2003) ont mené à des résultats allant dans la même direction; un bref résumé suit.

Sakamoto et al. (1989) ont utilisé le même concept que Lugscheider et al. (1983) et déterminé une valeur de MBC d'environ 90 μ m (0,0035 po.) après un temps de brasage de 60 minutes à 1080 ^oC (1976 ^oF) en utilisant l'alliage BNi-1a. Le brasage a été effectué dans une fournaise sous vide avec pression partielle d'argon.

Wu et al. (2001) ont utilisé un assemblage à écartement fixe de 100 μ m (0,004 po.), avec des temps de brasage de 10, 30, 60 et 120 minutes. Le brasage a été effectué à 1150 °C (2100 °F) en utilisant l'alliage BNi-2 dans une fournaise sous vide. Les résultats montrent que seulement les échantillons brasés pendant 120 minutes étaient libres de structures eutectiques. Ils ont également noté la présence de précipités aux joints de grains du métal de base (Inconel 718) dans la zone de diffusion et un grossissement des grains à l'extérieur de cette zone.

Ou et al. (2003) dans leurs travaux ont utilisé un assemblage avec écartement fixe de 125 μ m (0,005 po.) en utilisant des temps de brasage de 10 et 30 minutes. Les essais de brasage ont été effectués à des températures de 1050, 1075 et 1100 °C (1922, 1967 et 2012 °F) en utilisant l'alliage BNi-3 dans une fournaise sous vide. Dans tous les cas, bien qu'une amélioration sensible ait été remarquée, les joints contenaient toujours des structures eutectiques après 30 minutes de brasage.

Certains chercheurs ont exploré la possibilité de hausser la température de brasage pour tenter de modifier la microstructure des joints brasés. Wu et al. (2001) ont utilisé des températures de brasage de 1150 et 1250 ^oC (2102 et 2282 ^oF) pour braser par induction l'alliage BNi-2. Les temps très courts utilisés n'ont pas permis d'éliminer les phases eutectiques, mais les chercheurs mentionnent une augmentation de la ductilité et de la résistance en traction.

Wu et al. (2000) dans leurs recherches avec l'alliage BNi-2 ont utilisé des températures de brasage de 1100, 1150 et 1200 ^oC (2012, 2102 et 2192 ^oF) pour des temps variant entre 0 et 5 minutes, la chauffe étant effectuée par induction. Ils ont déterminé que l'eutectique était toujours présent pour la température de 1100 ^oC. Pour les deux autres températures, l'eutectique avait disparu après 5 minutes de brasage.

1.13.1.3 Essais de diffusion à l'état solide

D'autres recherches se sont orientées sur la diffusion en utilisant des traitements thermiques de postbrasage pour tenter d'éliminer les structures fragilisantes des joints brasés. Zorc et al. (2000) ont examiné l'utilisation de traitement de diffusion à 1050 et 1100 °C (1922 et 2102 °F) pour des durées de 2 et 6 heures pour des joints brasés avec l'alliage BNi-1. Bien qu'ils ne fassent pas mention de l'écartement, les chercheurs ont déterminé qu'après 2 heures de diffusion à 1050 °C les joints étaient toujours remplis de phases eutectiques. Après 6 heures de diffusion à 1100 °C, les joints minces étaient libres de phases eutectiques alors que les joints larges en comptaient toujours.

Ou et al. (2003) dans leurs travaux ont utilisé des traitements de diffusion à 900 $^{\circ}$ C (1652 $^{\circ}$ F) pour des périodes de 24 et 120 heures pour des joints brasés avec l'alliage BNi-3. Les résultats obtenus montrent qu'après 24 heures de diffusion l'eutectique avait été éliminé, mais qu'il subsistait toujours des borures de nickel (Ni₃B) dans le joint. Ils ont aussi remarqué une augmentation de la largeur et la formation de borures dans la zone de diffusion de même que l'apparition de porosités dites de Kirkendall dans la brasure et la zone de diffusion, voir explications à la section 1.6.2. Après 120 heures de diffusion, les borures de nickel avaient complètement disparues et la matrice du joint brasé était complètement libre de bore. Cependant, la zone de diffusion a continué de s'élargir et le nombre de porosités de Kirkendall a continué d'augmenter.

Lee et al. (2003) ont expérimenté l'utilisation de traitements de diffusion à 1000 $^{\circ}$ C (1832 $^{\circ}$ F) pendant 24, 48, 72 et 144 heures pour des joints brasés avec l'alliage BNi-2 ayant un écartement initial de 73 μ m (0,003 po.). Le chercheurs ont remarqué une diminution de l'épaisseur apparente du joint brasé en fonction du temps de diffusion, le joint disparaissant graduellement en se mariant au métal de base. Il a fallu se rendre jusqu'à 144 heures de diffusion pour que le joint soit complètement libre de phases eutectiques et, à ce moment, la largeur du joint n'était plus que de 6 μ m (0,00023 po.). Ils relatent la formation de porosités de Kirkendall à différents endroits dans le joint.

1.13.2 PALNICRO 36M (CPW 475)

Bien que cet alliage ait été développé depuis plus de 25 ans, il existe seulement que quelques études disponibles à son sujet. Il faut dire que le palladium que contient l'alliage rend son prix quelque peu prohibitif, ce qui a sans doute nuit à sa popularité auprès de l'industrie. Il est toujours demeuré un alliage marginal utilisé que pour des applications très spécifiques dans le domaine de l'aéronautique.

Dans ce cas, il n'y a pas d'études disponibles ayant utilisé une approche thermodynamique pour décrire la formation des différentes phases qui se retrouvent dans les joints brasés avec l'alliage PALNICRO 36M.

1.13.2.1 Essais de diffusion solide-liquide

Dans une étude sur la microstructure des alliages nickel-palladium de compositions très similaires à l'alliage PALNICRO 36M, Lugscheider et al. (1983) élaborent quelque peu sur les différentes structures observées. Ils mentionnent que la matrice du joint se compose d'une solution solide de nickel (palladium, chrome et silicium). Ils citent également que le palladium est complètement soluble dans le nickel. Les précipités identifiés au centre du joint sont des borures de nickel et des siliciures de palladium.

Dans cette étude, des essais de brasage prolongé ont de plus été effectués en utilisant un assemblage en « V » afin de déterminer la valeur de MBC pour des durées de 60 et 120 minutes. Le brasage a été effectué à 1000 0 C (1832 0 F) dans une fournaise sous vide. Pour deux alliages étudiés, les valeurs de MBC ont été de 24 et 62 μ m (0,001 et 0,002 po.) pour un temps de 60 minutes et de >100 et 80 μ m (>0,004 et 0,003 po.) pour le brasage de 120 minutes. Les chercheurs ont remarqué que le nombre de précipités diminuait avec l'augmentation du temps de brasage.

Bose et al. (1986) ont étudié les propriétés de joints brasés produits avec différents alliages nickel-palladium-chrome-bore-silicium. L'alliage MBF-1003X, le plus semblable au PALNICRO 36M, affichait tout comme ce dernier un intervalle de fusion solidus-liquidus très large, 825 °C (1517 °F) - 985 °C (1805 °F). Il a été déterminé que la basse température de solidus résultait de la présence de silicium dans l'alliage. Les chercheurs ont conclu que l'ajout de silicium avait des effets nuisibles pour ces alliages et qu'un large intervalle de fusion n'était pas souhaitable, surtout pour des pièces devant être utilisées à haute température. De plus, les propriétés mécaniques se sont avérées inférieures à un alliage ne contenant pas de silicium étant donné la présence de siliciures de palladium. Comme dans l'étude précédente, des essais de brasage prolongé de 10 minutes et de 12 heures ont été effectués afin d'essayer d'améliorer la microstructure et ce, en utilisant des assemblages à écartements fixes. Le brasage a été fait à 1010 °C (1850 ⁰F) dans une fournaise sous vide. La microstructure des joints brasés suite au brasage de 10 minutes consistait en une zone eutectique très large entrecoupée de siliciures de palladium et de régions noires riches en nickel, chrome et palladium. Après un cycle de brasage de 12 heures, le silicium ayant complètement diffusé hors des joints, ces derniers étaient libres de toutes structures eutectiques. Le silicium s'était concentré aux joints de grains du métal de base, dans la zone de diffusion, et des porosités dites de Kirkendall s'étaient formées à différents endroits dans le joint et la zone de diffusion.

1.14 Évaluation de la qualité des joints brasés

La dernière étape de l'opération de brasage consiste à l'inspection des pièces brasées. L'inspection est essentielle pour assurer le contrôle de la qualité du brasage et son uniformité. L'inspection finale renseigne sur la manière dont les étapes précédentes ont été réussies. Cette évaluation peut se faire de manière non destructive ou destructive selon les besoins (Brazing Handbook, 1991).

1.14.1 Inspection visuelle

L'inspection visuelle est sans doute la méthode d'évaluation non destructive la plus utilisée pour déterminer la qualité du brasage. Cette inspection peut être faite avec ou sans l'aide de loupe et est efficace pour détecter des défauts de surface tels des vides, porosités, fissures, manques de brasage et défauts de forme dans les cordons de brasage (Humpston et al., 1993; Brazing Handbook, 1991).

1.14.2 Microscopie optique

L'évaluation métallographique de surfaces polies et attaquées chimiquement à l'aide d'un microscope optique est très utilisée pour évaluer les microstructures et les défauts internes pouvant se retrouver dans les joints brasés. Cette méthode est particulièrement efficace pour détecter la présence de précipités et les problèmes d'écoulement, de manques de fusion, de porosités et de fissuration interne. La méthode est également utile pour évaluer l'état du métal de base (Humpston et al., 1993; Brazing Handbook, 1991).

1.14.3 Microscopie électronique à balayage

Le microscope électronique à balayage (MEB) est très utilisé pour identifier et déterminer la composition chimique des différentes phases présentes dans les joints. Les

électrons secondaires servent à fournir une image de la surface analysée et permettent de bien voir les fissures et différences de relief étant donné la grande profondeur de champ que l'appareil procure. Les rayons X sont captés par un spectromètre de rayons X qui fournit une mesure quantitative des éléments composant la surface examinée. Le faisceau d'électrons incidents pénètre sous la surface à une profondeur plus ou moins grande selon le niveau d'énergie choisi et le poids atomique des éléments, soit de 1 à 5 μ m, et se disperse dans le matériau affectant un volume d'environ 1 μ m³. Lorsque l'appareil est ajusté en mode électrons rétrodiffusés, l'image obtenue montre la composition chimique des différentes phases en présence dans la région examinée.

Il existe toujours une certaine imprécision dans les résultats des analyses de composition chimique faites par spectroscopie (Energy Dispersive Spectroscopy) EDS, étant donné le volume affecté sous la surface par le faisceau d'électrons, car il y a presque toujours une portion du matériau environnant qui interfère avec l'élément ciblé pour l'analyse (Humpston et al., 1993); (voir figure 12).



Figure 12 Schéma illustrant les régions affectées par le faisceau d'électrons généré par un MEB (Adapté de Humpston et al., 1993)

1.15 Essais de microdureté

La dureté d'un matériau correspond à sa résistance à la pénétration ou à une déformation mécanique. La précision des mesures de dureté est liée à plusieurs facteurs tels le fini de surface, les déformations plastique et élastique, le frottement entre le pénétrateur et le matériau, la forme du pénétrateur et la charge appliquée. Les essais de microdureté sont généralement effectués en utilisant l'échelle Vickers (HV) avec des charges variant entre l et 100 grammes-force. Les empreintes sont très petites, de l'ordre du micron, et, pour obtenir des résultats valables, les échantillons doivent être polis et attaqués comme pour l'examen métallographique. La petite taille du pénétrateur rend cette méthode bien adaptée pour mesurer la dureté de phases individuelles et de produire des profils de dureté à travers les joints brasés (Humpston et al., 1993). À ce titre, plusieurs chercheurs ont mesuré la dureté des joints brasés en effectuant des profils de dureté à travers les joints et en mesurant d'une manière individuelle certaines phases et précipités au cours de leurs recherches (Lugscheider et al., 1983 et 1986; Wu et al., 2000; Zorc et al., 2000).

Lugscheider et al. (1986) dans une étude utilisant l'alliage BNi-2 mentionnent la présence de précipités sous forme de borures dans la zone de diffusion du métal de base causant un accroissement significatif de la dureté. Des augmentations équivalentes à environ 1,8 fois la dureté du métal de base ont été enregistrées. Lugscheider et al. (1983), dans une autre étude effectuée cette fois avec l'alliage palladium-nickel PALNICRO 36M (CPW 475), ont étudié la dureté des différentes phases présentes dans le joint brasé. Ils signalent la présence d'une solution solide de nickel ayant une dureté de 230 à 250 HV, de précipités, borures de nickel, d'une dureté d'environ 1000 à 1200 HV, et de siliciures de palladium d'une dureté avoisinant les 900 à 1000 HV. Ils mentionnent également la présence de précipités, des borures chrome, dans la zone de diffusion.

CHAPITRE 2

PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE

2.1 Type de montage

La mise en place d'une méthode expérimentale visant à reproduire les différentes microstructures en fonction de l'écartement du joint brasé peut devenir très complexe et coûteuse surtout lorsqu'une large gamme d'écartements doit être produite. La revue de plusieurs études effectuées sur l'analyse de microstructures de joints brasés a amené à choisir un assemblage en forme de « V ». Ce type d'assemblage, en plus d'être relativement facile et simple à mettre en œuvre, permet de pouvoir reproduire à l'aide d'un seul échantillon toutes les microstructures possibles en fonction d'un écartement variable. Un montage de ce type permet également d'évaluer la variation des phases en présence, la profondeur de diffusion de même que l'érosion du métal de base toujours en fonction d'un écartement variable (Lugscheider et al., 1983; Sakamoto et al., 1989; Zhang et al., 2004).

2.2 Métal de base utilisé

Les montages ont été effectués en utilisant l'inconel 718 (AMS 5696) comme métal de base. Le choix de cet alliage a été effectué en fonction du degré de difficulté qu'il représente pour le brasage des pièces de production chez Pratt & Whitney Canada (PWC). En effet, le pourcentage d'aluminium et de titane qu'il contient fait en sorte que cet alliage présente un défi particulier pour la production de joints brasés, et c'est pour cette raison qu'il a été choisi pour effectuer les essais de cette étude.

2.3 Alliages de brasage utilisés

Deux alliages de brasage à base de nickel correspondant à ceux qui sont le plus utilisés dans les assemblages brasés chez PWC ont été sélectionnés pour effectuer les essais. Les alliages en question sont communément identifiés dans l'industrie par leurs désignations commerciales, soit le BNi-2 ou (AMS 4777) et le PALNICRO 36M ou (CPW 475). La composition chimique du BNi-2 est : 82 % Ni; 2,5 - 3,5 % Fe; 6,0 - 8,0 % Cr; 2,75 - 3,5 % B; 4,0 - 5,0 % Si, alors que celle du CPW 475 est : 50 % Ni; 35 - 37 % Pd; 9,5 - 11,5 % Cr; 2,5 - 3,25 % B; 0,25 - 1,0 % Si.

La majorité des alliages de brasage est actuellement disponible sous différentes formes, soit en barre, ruban, poudre, fils, préformes et pâte. Pour les essais effectués dans le cadre de cette étude, les deux alliages de brasage mentionnés ont été utilisés sous forme de pâte appliquée à l'aide de seringues et d'aiguilles fines dans l'ouverture des joints, tel qu'indiqué sur le croquis de la figure 13.

Les échantillons utilisant l'alliage de brasage BNi-2 (AMS 4777) réalisés dans le cadre de cette étude ont été brasés à la température de 1050 0 C (1925 0 F), qui correspond à la température conventionnelle de brasage chez PWC.

Les échantillons qui ont été produits dans le cadre de cette étude avec l'alliage PALNICRO 36M (CPW 475) ont dû être brasés à une température de 1025 0 C (1875 0 F). Ceci a été nécessaire afin d'accroître la mouillabilité et la fluidité de l'alliage de brasage par rapport à un cas où le brasage est effectué à la température habituelle de 995 0 C (1825 0 F) et d'obtenir ainsi un meilleur écoulement et un remplissage complet des joints.

2.4 Essais effectués

Le but de cette étude étant de vérifier l'évolution de la microstructure des joints brasés en fonction de l'écartement des tôles et des conditions de traitement thermique, deux séries d'essais ont donc été planifiées. Une première vague d'essais a été effectuée en exploitant le principe de diffusion à l'état solide sur des échantillons déjà brasés, alors qu'une seconde série d'essais a été produite en utilisant des temps de brasage de durées variables.

Afin de pouvoir comparer les résultats, une base de comparaison a été établie en effectuant une première série d'essais consistant à braser des échantillons pour une période de 10 minutes à 1050 0 C (1925 0 F) pour l'alliage BNi-2 et à 1025 0 C (1875 0 F) pour l'alliage CPW 475. Dans tous les cas, trois échantillons ont été brasés pour chaque condition afin de s'assurer de la répétabilité de la méthode.

Il faut préciser que pour l'alliage CPW 475 quelques essais préalablement effectués à la température de 995 0 C (1825 0 F) normalement utilisée en production n'ont pas permis d'obtenir un écoulement adéquat de la brasure et de bien remplir les joints. La température de brasage a donc dû être augmentée pour pallier à cette lacune. Les échantillons qui ont résulté des mauvais essais ont été utilisés pour évaluer certaines caractéristiques de mouillabilité de l'alliage dont l'angle de mouillage.

2.4.1 Essais de diffusion

Les essais de diffusion ont pour but d'évaluer l'effet des traitements thermiques de postbrasage sur la microstructure des joints brasés. Des échantillons préalablement brasés aux conditions mentionnées précédemment pour chacune des pâtes de brasage ont été soumis à des traitements thermiques d'une durée de 10 et 240 minutes. Les températures de diffusion ont été déterminées en fonction des températures de solidus

des alliages de brasage et les essais ont été effectués à 955 °C (1750 °F) pour les échantillons brasés avec l'alliage BNi-2 et à 815 °C (1500 °F) pour les échantillons brasés avec l'alliage CPW 475. Il a été nécessaire de fixer les températures légèrement sous les valeurs du solidus des alliages de brasage afin d'éviter la refonte même partielle des joints et pour que le processus de diffusion se fasse complètement à l'état solide. Les paramètres des essais de cette étude ont donc été fixés en s'inspirant des résultats de plusieurs rapports de recherches consultés (Lugscheider et al., 1979 et 1983; Ou et al., 2003; Lee et al., 2003). Un temps très court de 10 minutes et un temps excédant la moyenne des études consultées, soit 240 minutes, ont été utilisés. Il faut mentionner que d'un point de vue pratique industriellement, un temps de 240 minutes se situe à la limite de l'acceptable.

2.4.2 Essais de brasage prolongé

Les essais de brasage prolongé ont pour but d'évaluer l'effet de la diffusion de type solide-liquide sur sa capacité à modifier la microstructure des joints brasés. Comme il est recommandé d'utiliser la température de brasage la plus basse possible pour un alliage de brasage donné afin d'éviter les effets négatifs de l'érosion ou dissolution du métal de base (Schwartz, 2003), les essais pour cette étude ont été réalisés aux températures minimales requises permettant le remplissage complet des joints. Des échantillons ont été brasés aux températures de 1050 °C (1925 °F) pour l'alliage BNi-2 et de 1025 °C (1875 °F) pour l'alliage CPW 475, tous deux pour des périodes de 60 et 120 minutes. Dans ces cas, seulement les temps de maintien lors du brasage ont été modifiés par rapport aux essais standard d'une durée de 10 minutes qui servent ici de base de comparaison.

De manière générale, une augmentation du temps de maintien à la température de brasage améliore sensiblement la largeur maximale du joint libre de structures eutectiques (MBC). Des études visant à évaluer l'impact du temps de brasage sur la

microstructure des joints brasés ont donc servi de base pour déterminer les paramètres des essais effectués à l'intérieur du présent projet (Wu et al., 2001; Bose et al., 1986; Lugscheider et al., 1983 et 1986).

2.5 Préparation et assemblage des échantillons

La surface des échantillons a été préparée en respectant les pratiques les plus souvent suggérées en brasage, soit une préparation mécanique suivie d'un nettoyage chimique. Ce type de préparation vise en premier lieu à se débarrasser de la couche d'oxydes métallique qui se trouve naturellement à la surface du matériau et donner un fini de surface rugueux pour améliorer la mouillabilité. Par la suite, les échantillons ont été nettoyés chimiquement à l'aide d'acide muriatique avant l'application du placage au nickel.

2.5.1 Décapage mécanique

Dans un premier temps, les échantillons ont été grenaillés à l'aide d'un médium à base de nickel, chrome et fer connu sous le nom commercial de « Nicroblast ». Cette opération est utilisée pour débarrasser la surface du métal de base de sa couche d'oxydes, procurer une rugosité de surface améliorant la mouillabilité et l'écoulement de l'alliage de brasage tout en minimisant la tension superficielle lors du brasage, ce qui réduit la valeur de l'angle de mouillage (voir chapitre 1). Cette préparation de surface est particulièrement indiquée pour les superalliages de nickel. Un fini de surface variant entre 1,1 et 1,4 μ m (45 – 55 μ po.) a été obtenu en utilisant une pression de projection d'environ 207 kPa (30 psig). Ces valeurs de fini de surface correspondent à la gamme de rugosité de surface recommandée par la norme AMS 2675 qui est de 0,8 à 3,2 μ m (SAE International, AMS, 2002).

2.5.2 Placage au nickel

Les échantillons utilisés ont été plaqués au nickel afin de se conformer aux règles de l'art du brasage en s'assurant d'avoir une épaisseur de nickel d'environ 5 μ m (0.0002 po.). En effet, pour les alliages dont le pourcentage d'aluminium et de titane n'excède pas 4 %, ce qui est le cas pour l'inconel 718, une épaisseur de placage d'environ 15 μ m (0,0006 po.) est normalement requise (Schwartz, 2003; Brazing Handbook, 1991). La norme de brasage AMS 2675 stipule cependant que pour le brasage sous vide, pour un même pourcentage combiné d'aluminium et de titane que mentionné précédemment, l'épaisseur de nickel doit varier entre 2,5 et 15 μ m (0,0001 - 0,0006 po.) (SAE International, AMS, 2002).

Le placage au nickel, ou nickelage, a été effectué à la suite d'un décapage chimique, la première étape de cette opération étant un nettoyage à l'acide muriatique. Par la suite, les échantillons ont été immergés dans un bassin où est effectué le placage par électrolyse. L'épaisseur de la couche de nickel est critique, car le placage agit comme une barrière pour prévenir l'oxydation du métal de base avant brasage, lorsque la pièce est en attente, et durant le cycle thermique de brasage. Toute oxydation des surfaces à l'un ou l'autre de ces moments pourrait compromettre sérieusement le mouillage et même empêcher l'écoulement de la brasure dans le joint (Humpston et al., 1993; Schwartz, 2003; Brazing Handbook, 1991; Roberts, 2004).

2.6 Le montage utilisé

L'assemblage des échantillons a été effectué dans la « chambre blanche » qui est un endroit isolé du reste de l'usine où l'atmosphère est contrôlée de manière à minimiser les risques de contamination avant brasage par des poussières, vapeurs d'huile, etc. Le montage utilisé était formé de deux plaques minces mesurant 25,4 mm sur 76 mm, assemblées en forme de coin ou « V », légèrement décalées et maintenues en position

par des billes de 1,2 mm de diamètre soudées par résistance (figure 13). L'espacement des plaques à l'ouverture du joint a été maintenu à la valeur désirée en insérant une cale appropriée durant l'opération de soudage par résistance.



Figure 13 Schéma représentant le montage en « V » utilisé pour l'expérimentation (pas à l'échelle)

L'écartement maximal du joint a été fixé à 0,38 mm (0,015 po.) de manière à pouvoir évaluer les changements de microstructure susceptibles de se produire pour toute la gamme d'écartements allant de 0 à 0,38 mm.

Les deux alliages de brasage ont été appliqués sous forme de pâte à l'aide d'une seringue munie d'une aiguille fine dans l'ouverture du joint, tel qu'indiqué sur le croquis de la figure 13. Un régulateur pneumatique raccordé à la seringue permet de contrôler le débit et la quantité de pâte à braser qui est déposée dans le joint (voir figure 14).



Figure 14 Seringue utilisée pour l'application de l'alliage de brasage

Une fois l'application de la pâte à braser complétée, un anti-mouillant, soit à base d'oxyde de magnésium, d'aluminium ou de titane en suspension dans l'eau, a été déposé sur les échantillons sous l'ouverture et à la racine du joint afin d'empêcher que l'alliage de brasage se répande hors du joint durant l'opération de brasage. Il faut cependant noter que les produits anti-mouillants peuvent ne pas toujours offrir une protection complète lorsque le brasage est effectué sous vide poussé, car, étant des oxydes, le vide peut les réduire partiellement et diminuer considérablement leur efficacité (Schwartz, 2003; Brazing Handbook, 1991). Les produits anti-mouillants sont facilement enlevés après le brasage par brossage ou à l'aide d'un jet d'air comprimé.

Pour l'opération de brasage, les échantillons sont déposés sur des supports en graphite préalablement recouvert d'un anti-mouillant pour éviter que les échantillons ne collent au support ou que ces derniers ne soient endommagés si de la brasure venait à couler hors du joint. Les supports en graphite sont largement utilisés en brasage et traitement thermique, car ils sont excellents pour maintenir la planéité des pièces. Le graphite est un matériau très stable du point de vue dimensionnel et il a une excellente conductivité

thermique. Malgré cela, il demeure un matériau fragile à manipuler avec soin, qui présente un risque de diffusion du carbone qu'il contient vers les pièces à des températures avoisinant les 1065 °C (1950 °F). Dans ces conditions, le graphite doit absolument être protégé par des matériaux anti-mouillants (Schwartz, 2003; Brazing Handbook, 1991). La photographie de la figure 15 illustre un échantillon prêt à être brasé. On remarque que l'échantillon est légèrement incliné ce qui peut favoriser quelque peu l'écoulement de la brasure dans le joint.



Figure 15 Échantillon prêt à braser sur son support en graphite

2.7 Brasage des échantillons

Le brasage des échantillons est effectué dans des fournaises (figure 16) sous vide à atmosphère inerte avec une pression partielle d'argon de 800 microns et chauffées à l'électricité. Les échantillons sont déposés dans l'enceinte de la fournaise sur leur support en graphite, puis trois thermocouples, servant à contrôler la fournaise via la température enregistrée sur les échantillons, sont placés soit directement sur ces derniers

ou dans des supports à thermocouples. Ces supports, qui sont des tiges creuses mesurant 12,7 mm \emptyset x 38 mm long avec un trou central de 6,35 mm \emptyset sur une longueur de 19 mm, servent à simuler la masse des échantillons et sont utilisés lorsqu'il n'est pas possible de placer les thermocouples directement sur les échantillons, comme c'est précisément le cas ici. Lorsque tout est en place, la fournaise est refermée et le cycle de brasage démarre. La précision des contrôles de température de la fournaise est un élément important pour l'obtention de joints de qualité. Lors du brasage, on doit s'assurer que toutes les parties du joint atteignent la température de brasage pour le métal d'apport en même temps. Ceci nécessite que les contrôles de la fournaise dans la zone chaude soient précis à ± 2 ⁰C (± 4 ⁰F) de la valeur cible. Il est particulièrement important que l'assemblage ne dépasse pas la température cible lors du cycle de chauffe afin d'éviter que le métal d'apport s'écoule hors du joint, surtout dans le cas d'alliages eutectiques formant peu d'alliages de liaison (Roberts, 2004).



Figure 16 Fournaise horizontale sous vide utilisée pour le brasage des échantillons
Le brasage des échantillons utilisés pour cette étude a donc été effectué en appliquant les principes énoncés précédemment à la section 1.12. En guise d'exemple, un cycle de brasage type utilisé pour l'alliage BNi-2 (AMS 4777) comprend les étapes suivantes :

- Pompage de la fournaise jusqu'à un haut vide de 0.5 micron (5 x 10^{-4} Torr);
- Test de fuite sous vide poussé, 30 microns / heure maximum;
- Introduction de pression partielle d'argon de 800 microns à partir de 38 ⁰C;
- Chauffage à $17 \, {}^{0}C / min. +/- 8 \, {}^{0}C / min;$
- Maintien à 650 °C +/- 14 °C pendant 15 min;
- Chauffage à $17 \, {}^{0}C$ / min. +/- $8 \, {}^{0}C$ / min;
- Maintien à 927 ^{0}C +/- 14 ^{0}C pendant 15 min;
- Chauffage à $17 \, {}^{0}C / min. +/- 8 \, {}^{0}C / min;$
- Maintien à 1052 °C (1925 °F) +/- 14 °C pendant 60 min;
- Refroidissement lent sous argon jusqu'à 538 ⁰C;
- Refroidissement forcé avec ventilateur sous argon jusqu'à 65 °C.

La copie originale du cycle de brasage décrit précédemment est présentée à l'annexe 2. Le brasage a été effectué en pression partielle à 800 microns, ce qui aide grandement à éliminer les gaz qui peuvent causer l'oxydation des pièces et compromettre le mouillage et l'écoulement de la brasure (Sakamoto, 1983). On note que le dernier palier de maintien en température se situe à 927 °C (1700 °F), ce qui est juste sous le solidus de l'alliage, et que par la suite on monte rapidement jusqu'à la température de brasage. Cette technique permet d'éviter le phénomène de liquation qui pourrait compromettre l'écoulement de la brasure (Humpston et al., 1993; Schwartz, 2003; Brazing Handbook, 1991). On remarque également que les deux étapes de refroidissement se font sous atmosphère d'argon afin d'éviter l'oxydation du métal de base (Brazing Handbook, 1991).

2.8 Inspection visuelle après brasage

L'inspection visuelle constitue la première étape de contrôle non destructif après le brasage. Cette vérification permet d'évaluer la qualité du brasage en général notamment par la détection de défauts évidents tels des porosités, manques et/ou excès de brasure, remplissage incomplet, érosion du métal de base, présence de fissures, etc. Tous les échantillons brasés pour cette étude ont été minutieusement vérifiés visuellement après l'opération de brasage, ce qui a permis d'identifier les défauts et d'apporter les correctifs requis aux différentes étapes précédant l'inspection, de la préparation de surface au cycle de brasage en fournaise.

2.9 Analyse par microscopie optique

L'examen par microscopie optique à différents grossissements d'échantillons polis et attaqués est utilisé pour évaluer les différentes phases en présence dans le joint brasé, les différents phénomènes ou réactions qui se sont produits ainsi que la présence de défauts internes tels les porosités, les fissures et manques de fusion.

Dix échantillons correspondant à chacune des conditions des essais effectués pour les deux alliages de brasage utilisés, soient dans la condition « telle que brasée » 10 minutes, après traitement thermique de diffusion de 10 et 240 minutes et après brasage prolongé de 60 et 120 minutes, ont été considérés pour l'évaluation par microscopie optique.

2.9.1 Préparation des échantillons

Les échantillons produits lors des essais ont été examinés à des grossissements variant entre 50 et 500 X après avoir été préalablement polis et attaqués selon des méthodes standards. En premier lieu, chacun des échantillons a été sectionné près du centre en utilisant une tronçonneuse « Leco CM15 » dans le but de prélever une tranche qui a, par la suite, été montée dans l'époxy à l'aide d'une presse « Simplinet 2000 » afin de pouvoir procéder au polissage. Lors de cette seconde étape, les échantillons ont été meulés en utilisant subséquemment des papiers de verre abrasifs de différents calibres 120, 320 et 600 sur une sableuse « Roto Force-4 » suivi du polissage à l'aide de liquide abrasif à base de poudre de diamant de 3 et 1 microns. La surface ainsi polie a été attaquée chimiquement avec le réactif « Kalling's » (100 ml éthanol, 100 ml HCl, 5 g CuCl₂) afin de révéler la microstructure.

2.9.2 Analyse microscopique

Par la suite, chaque échantillon a été examiné à quatre endroits prédéterminés dans la coupe du joint : à l'ouverture du joint (écartement maximum), au centre, au début de l'eutectique et à la fin du joint (écartement minimum). Les différentes microstructures présentes dans chacune des régions observées ont été documentées à l'aide de micrographies prises, traitées et sauvegardées via un logiciel d'acquisition de données, « Clemex Captiva », jumelé à un microscope optique de marque Olympus. Certaines caractéristiques, dont l'épaisseur de la zone eutectique centrale, la phase homogène bordant l'eutectique, la zone de diffusion ainsi que les profondeurs de diffusion intragranulaire et intergranulaire ont également été évaluées et mesurées à l'aide du logiciel d'acquisition de données mentionné ci-haut. Le critère d'évaluation des joints brasés utilisé dans cette étude est inspiré de la notion de MBC qui correspond à la largeur maximale du joint libre de structures eutectiques. La majorité des auteurs consultés ont utilisé ce concept.

2.9.3 Analyse macroscopique

Des observations macroscopiques ont aussi été faites afin de prendre des photographies de l'ensemble des joints brasés, de mesurer l'écartement initial exact des tôles et d'évaluer par la suite l'ampleur de l'érosion du métal de base. Pour ce faire, un microscope optique à faible grossissement (10 à 60 X) de marque Leitz couplé à un logiciel d'acquisition de données « Clemex Vision » ont été utilisés. Dans ce cas, les échantillons ont été observés à trois endroits : à l'ouverture du joint (écartement maximum), au centre et à la fin du joint (écartement minimum).

2.10 Analyse au microscope électronique à balayage (MEB)

En parallèle avec l'évaluation par microscopie optique, les échantillons déjà préparés et attaqués chimiquement ont été examinés à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) « Hitachi S-3500 » couplé à un spectromètre de rayons X pour l'analyse chimique et du logiciel « Link ISIS » . Huit échantillons brasés regroupant les deux alliages de brasage dans les conditions « telle que brasée » 10 minutes, après traitement thermique de diffusion de 240 minutes et après brasage prolongé de 60 et 120 minutes ont été considérés pour l'évaluation MEB. Étant donné le peu d'évolution observée sur les joints brasés ayant subi un traitement thermique de diffusion de 10 minutes, cette série d'échantillons n'a pas été évaluée avec le MEB.

2.10.1 Microscopie électronique

Sous un vide partiel de 15 Pa (0,1125 Torr), une énergie de 20 KV et en mode électrons rétrodiffusés, les échantillons ont été analysés afin d'évaluer la microstructure présente de même que pour effectuer des analyses de composition chimique ponctuelles des différentes phases et précipités se trouvant dans les joints brasés, la zone de diffusion et le métal de base. L'image en contraste chimique que donne les électrons rétrodiffusés renseigne sur les phases en présence, les structures claires correspondant aux éléments de poids atomique élevé et les structures sombres référant à des éléments plus légers.

2.10.2 Analyses de composition chimique

Des analyses de composition chimique par la méthode EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) des différentes phases et précipités intermétalliques ont été effectuées afin de pouvoir procéder à leur identification. Il faut noter que ce type d'analyse ne permet pas d'identifier les éléments ayant un poids atomique de dix et moins, donc des éléments légers tels le carbone et le bore ne sont pas détectables de manière précise. Ceci résulte du fait que la protection contre l'oxydation du détecteur de rayons X du MEB est assurée par une fenêtre faite d'un alliage de béryllium et que l'énergie émise par les éléments légers, tels le bore et le carbone, n'est soit pas assez grande pour la traverser et/ou le signal transmis est faible ce qui ne permet pas d'obtenir des valeurs justes. L'identification des différentes phases et précipités présents dans les joints brasés, qui pour la plupart contiennent du bore, a donc été faite par approximation à partir des pourcentages des autres éléments détectés lors des analyses. On doit également composer avec une certaine imprécision dans les résultats des analyses EDS étant donné que le faisceau d'électrons affecte un volume de matériau d'environ 1 μ m³ sous la surface. Ainsi, si le précipité ou la structure analysé a un volume plus petit que 1 μ m³, un certain pourcentage des éléments du matériau environnant est présent dans le spectre d'analyse (Humpston et al., 1993).

2.11 Analyse de microdureté

Huit échantillons brasés regroupant les deux alliages de brasage dans les conditions « telle que brasée » 10 minutes, après traitement thermique de diffusion de 240 minutes et après brasage prolongé de 60 et 120 minutes ont été considérés pour l'évaluation de dureté. Comme pour le cas de l'analyse MEB, des échantillons déjà préparés et attaqués chimiquement ont été utilisés pour procéder aux analyses de microdureté. Après le cycle de brasage et/ou le traitement thermique de diffusion, tous les échantillons ont reçu un traitement thermique complet de mise en solution à 955 ⁰C (1750 ⁰F) et de durcissement par précipitation à 720 ^oC (1325 ^oF) propre à l'inconel 718 afin que les résultats soient représentatifs des pièces de production principalement au niveau de la dureté du métal de base incluant la zone de diffusion. Chaque échantillon a été examiné à trois endroits prédéterminés dans la coupe du joint : au centre du joint, au début de l'eutectique et à la fin du joint (écartement minimum). Les mesures ont été prises en utilisant l'échelle Vickers qui permet de mesurer la microdureté de phases spécifiques dans les matériaux étant donné la petite taille du pénétrateur qui est une pyramide de diamant à base carrée ayant un angle de 136^o entre les faces opposées (Humpston et al., 1993).

2.11.1 Mesures de microdureté

Un essai de calibration sur un étalon standardisé est toujours effectué avant la prise de mesures sur une série d'échantillons afin de s'assurer du bon fonctionnement de l'appareil. L'échantillon à analyser, monté dans une rondelle en époxy, poli et attaqué chimiquement est par la suite placé dans le porte-échantillon de l'appareil de microdureté « Futur-Tech » puis les profils de microdureté requis sont programmés à l'aide du logiciel d'acquisition de données « Clemex CMT » (Computerized Microhardness Tester). Pour les analyses, une charge de 10 grammes a été utilisée étant donné la petite taille des joints, des phases et précipités à analyser. Bien qu'une charge si petite rende les mesures plus sensibles à la présence de petites variations dans le matériau, tels les joints de grains, il n'en demeure pas moins que c'est la charge idéale pour maximiser le nombre d'empreintes dans les zones d'intérêt tout en respectant le critère d'espacement de trois fois le diamètre de l'empreinte. Les mesures de dureté Vickers (HV) ont été prises perpendiculairement au joint brasé en programmant un profil qui englobe tout le joint, une portion du métal de base située de chaque côté de celui-ci qui comprend la zone de diffusion.

La routine programmée du profil de dureté à travers le joint brasé s'effectue avec l'appareil réglé à un grossissement de 400 X. Des photographies des zones choisies ont été prises à des grossissements de 100 et 400 X avant indentation afin de pouvoir localiser les zones analysées. Des photographies ont aussi été prises à 400 X après indentation afin de documenter les résultats et pouvoir établir une corrélation entre les donnés et les régions étudiées. Une fois les empreintes de dureté complétées, ces dernières ont été mesurées en utilisant les fonctionnalités du logiciel d'acquisition de données et les résultats sauvegardés.

2.11.2 Mesures des empreintes de dureté avec le MEB

Certaines empreintes de dureté prises dans les structures eutectiques et précipités intermétalliques étaient tellement petites, étant donné la dureté élevée des composantes, qu'elles ne pouvaient être mesurées avec précision avec le logiciel d'acquisition de données de l'appareil de microdureté. Pour ces cas particuliers, et pour fins de contrevérification des différentes autres zones analysées, tous les profils de dureté des échantillons ont été examinés avec le MEB. Ceci a permis de mesurer avec précision les petites empreintes, de confirmer les mesures prises avec le logiciel d'acquisition de données et de bien établir la relation entre les mesures prises et les différentes microstructures analysées.

CHAPITRE 3

RÉSULTATS DES ESSAIS ET ANALYSE

Cette section du mémoire présente les résultats obtenus suite aux essais de brasage effectués avec l'inconel 718 grâce à la méthode décrite aux sections 2.6 et 2.7. Les sections qui suivent présentent les différents résultats et microstructures obtenus suite à un brasage conventionnel de 10 minutes, à des traitements de diffusion de 10 et 240 minutes et à des essais de brasage prolongé de 60 et 120 minutes, et ce, pour chacune des deux pâtes à braser utilisées : BNi-2 (AMS 4777) et PALNICRO 36M (CPW 475). Lors de l'analyse des échantillons, plusieurs caractéristiques des joints brasés, résultant du procédé de brasage de même que des traitements imposés aux échantillons, ont été mesurées. Ceci a été effectué afin de mieux comprendre les différents phénomènes découlant du procédé et de mieux évaluer et qualifier la variété de microstructures obtenues.

3.1 Mise au point d'une méthode de brasage

3.1.1 Alliage BNi-2 (AMS 4777)

Les premiers essais de brasage de l'assemblage avec l'alliage BNi-2 ont été effectués en utilisant une méthode de préparation de surface conventionnelle de grenaillage (Nicroblast) des échantillons, suivie d'un brasage en fournaise sous vide poussé de 5×10^{-4} Torr. Une copie originale d'un cycle de brasage type dont il est ici question est présentée à l'annexe 3. Le brasage dans ces conditions ne permettait pas de pouvoir remplir complètement et de manière constante les joints, le mouillage et l'écoulement du métal d'apport étaient déficients et les assemblages s'oxydaient. La première action corrective à être mise en place fut l'application d'un recouvrement de nickel d'environ 5 μ m (0.0002 po.) d'épaisseur sur la surface des échantillons avant l'assemblage et le brasage. Le nickelage a amélioré sensiblement les résultats, le mouillage et

l'écoulement du métal d'apport s'est accru par rapport aux essais initiaux, mais très souvent les échantillons affichaient des manques de brasage et étaient plus ou moins oxydés. La méthode n'était pas totalement fiable. Dans un second temps, la recette standard de brasage a été modifiée de manière à effectuer tout le cycle de brasage sous pression partielle d'argon au lieu d'un vide poussé ce qui a permis d'éliminer l'oxydation des échantillons et d'assurer un bon mouillage et un écoulement régulier du métal d'apport dans les joints. L'ajout d'un test de fuites de 30 microns/heure pour garantir l'étanchéité de la fournaise en début de cycle ainsi que l'introduction d'argon à une pression de 800 microns à partir du début du chauffage puis maintenu durant tout le cycle suivie d'un refroidissement à l'argon ont assuré le remplissage complet et répétitif des joints. Une recette de brasage type, optimisée en fonction des considérations énoncées, est présentée à l'annexe 2.

3.1.2 Alliage PALNICRO 36 M (CPW 475)

La même préparation de surface que celle mentionnée précédemment a été utilisée pour le brasage des échantillons avec l'alliage CPW 475. Dans un premier temps, le brasage a été effectué en adaptant la recette de brasage optimisée avec pression partielle d'argon mentionnée précédemment pour qu'elle corresponde à la température habituelle de brasage de 995 °C (1825 °F) de l'alliage CPW 475. Malgré ces ajustements, les joints ne se remplissaient pas complètement. Étant donné que l'alliage CPW 475 a un intervalle de fusion très large et a tendance à être plus pâteux, il a donc fallu augmenter la température de brasage à 1025 °C (1875 °F) afin d'obtenir un écoulement permettant de remplir complètement les joints. La dernière étape de maintien de la température avant brasage, qui était de 927 °C (1700 °F), a été abaissée à 815 °C (1500 °F) afin d'éviter l'intervalle de fusion de l'alliage et ainsi minimiser les risques de liquation. Une copie de la recette de brasage optimisée pour l'alliage CPW 475 est présentée à l'annexe 4.

3.2 Résultats des essais en condition « telle que brasée »

Les résultats des essais dans la condition « telle que brasée », c'est-à-dire après un cycle de brasage régulier de 10 minutes aux températures appropriées pour chacun des deux alliages de brasage utilisés, vont servir de base de comparaison pour les essais de diffusion et de brasage prolongé. Ce sont donc ces résultats qui seront présentés en premier lieu.

3.2.1 Alliage BNi-2 (AMS 4777)

Dans la section qui suit, les résultats obtenus à partir d'échantillons brasés avec le métal d'apport BNi-2 à 1050 °C (1925 °F) pour 10 minutes seront présentés. Suite à l'examen visuel de routine après brasage, les spécimens ont été évalués par différentes méthodes dont la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage et des essais de microdureté.

3.2.1.1 Microscopie optique

L'examen microscopique a permis d'observer la microstructure en fonction de l'écartement des tôles à différentes positions dans le joint. Cet examen a aussi permis d'apprécier la répartition des différentes phases et précipités en présence. On remarque la présence d'une zone eutectique centrale couvrant la presque totalité de la longueur du joint de même qu'une concentration de gros précipités foncés situés surtout en périphérie de la zone eutectique, bien que quelques uns se retrouvent aussi au centre de cette dernière. Il y a également une zone pâle uniforme, continue et très étroite près de l'interface métal d'apport-métal de base. Cette zone pâle, qui mesure en moyenne environ 15 μ m de largeur, affiche beaucoup de régions en forme de lobes orientées vers le centre du joint sur toute la longueur de celui-ci. Certaines régions en forme de lobes se retrouvent également à travers l'eutectique. La microstructure décrite demeure

similaire pour toutes les valeurs de jeu (figure 17) lorsque l'eutectique est présent. Dans la zone correspondant à la MBC ou écartement maximal libre d'eutectique, la phase pâle remplit toute l'épaisseur du joint (figure 18). La valeur de MBC à ce point mesurait $22 \,\mu$ m. Une zone de diffusion existe dans le métal de base, région sombre de chaque côté du joint brasé, tout comme en soudage par fusion avec la zone affectée thermiquement. Dans ce cas, l'épaisseur de la zone de diffusion mesurait en moyenne de 25 μ m.



Figure 17 Microstructure type près du centre d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2



Figure 18 Microstructure type en début d'eutectique dans un joint brasé avec l'alliage BNi-2

3.2.1.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

L'examen de la microstructure à l'aide du MEB en mode électrons rétrodiffusés a permis de bien discerner les différentes phases et précipités présents dans le joint brasé pour les deux portions de joint mentionnées lors de l'examen par microscopie optique. Cet examen couplé à l'analyse EDS a permis de déterminer la composition chimique approximative des microstructures observées. Le tableau III à l'annexe 5 résume tous les résultats des analyses de composition chimique obtenues. On note que la région eutectique centrale et la zone de diffusion comprennent plusieurs phases différentes et que les numéros sur les micrographies des figures 19, 20, 21 et 22 correspondent à des mesures EDS.



Figure 19 Microstructure MEB type montrant l'aspect général d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2. Les numéros servent à identifier les différentes régions analysées



Figure 20 Microstructure MEB type de la zone eutectique centrale d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2



Figure 21 Microstructure MEB type montrant l'eutectique ternaire d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2



Figure 22 Microstructure MEB type illustrant l'interface métal d'apport-métal de base et la zone de diffusion d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2

Le joint brasé comprend le mélange de phases et structures suivantes :

• Les régions 1, 1a, 6 et 7 correspondent à la phase γ -nickel, une solution solide

riche en Cr, Fe et Si. On note de légères variations de composition entre ces régions qui correspondent à la même phase et qui est répartie dans tout le joint. La région 1a est légèrement plus riche en Si que la région 1, alors que la région 6 a une composition similaire à la région 1. Il existe un gradient de composition entre les régions 6 et 7, la région 7, zone d'interface métal d'apport-métal de base, étant plus riche en Fe et Cr mais avec moins de Si et Ni;

- La région 2 est une phase riche en Ni et probablement en B correspondant à des borures de nickel (Ni₂B);
- La région 3 de la figure 21 montre les deux phases dont se compose l'eutectique ternaire : une solution solide (4) riche en Ni et Si correspondant à des siliciures de nickel (Ni₃Si), et une phase (4a) riche en Ni et probablement en B (Ni₃B);
- La région 5 correspond à des précipités noirs très riches en Cr qui sont des borures de chrome (CrB);
- Les régions identifiées par les numéros 6a et 7a correspondent à des porosités.

La région centrale du joint se compose principalement de structures eutectiques et de précipités ayant des duretés très élevées. La phase γ -nickel, régions 1, 1a, 6 et 7, est une phase de première solidification qui se forme durant la solidification isotherme. La présence d'une solution solide γ -nickel riche en Cr et Fe se retrouvant jusqu'au centre du joint résulte de la dissolution d'une partie du métal de base à l'étape initiale du mouillage, puisque ces éléments proviennent du métal de base. Une phase riche en nickel se solidifie par la suite et correspond à l'eutectique binaire (Ni₂B). Il est intéressant de noter qu'il existe un gradient de composition chimique entre les régions 6 et 7, ce qui indique que la région 7 se serait solidifiée avant la région 6. Ceci s'explique par le fait que la région 6 a un pourcentage de silicium et de nickel plus élevé qui résulte d'un enrichissement provenant du métal de base. On retrouve également une zone eutectique très fine, l'eutectique ternaire, qui est une région de dernière solidification s'étant enrichie en silicium et en bore pour former des siliciures (Ni₃Si) et des borures

(Ni₃B). Lebaili et al. (1987) et Tung et al. (1996) mentionnent la présence de borures dans les structures eutectiques binaire et ternaire, phases qui n'ont pas pu être identifiées de manière certaine étant donné l'impossibilité de détecter le bore par la méthode d'analyse EDS utilisée dans cette étude.

La zone de diffusion comprend les structures suivantes (figure 22) :

- Les régions 8, 9 et 10 affichent des compositions chimiques voisines de celle du métal de base, (11), mais avec des gradients de composition plus on s'approche du joint brasé, (8). On observe des pourcentages de Ni plus élevés alors que le Cr et de Fe ont des concentrations moins élevées que le métal de base (11);
- La région 9a correspond à de gros précipité pâle riche en Nb, possiblement un carbure de niobium, (NbC);
- La région 10a correspond à de gros précipité foncé riche en Ti, probablement un carbure de titane (TiC);
- La région 10b est une zone de précipitation intergranulaire, région riche en Nb, possiblement des borures de niobium, (NbB).

La zone de diffusion dans le métal de base occupe une place importante dans l'appréciation d'un joint brasé étant donné les nombreuses transformations qui s'y produisent. La majorité de ces transformations se situent aux joints de grains de l'alliage fragilisés par la présence de borures de niobium et aussi par la formation de gros précipités très riches en niobium et titane. La diffusion du bore du joint brasé vers le métal de base est le principal responsable de la formation des borures. La présence d'un pourcentage de nickel élevé dans le métal de base près de l'interface du joint brasé résulte sans doute de la diffusion d'une partie du nickel contenu dans la brasure. À l'opposé, l'appauvrissement en fer et en chrome résulterait de la diffusion de ces éléments vers la brasure. Dans le deux cas, les gradients de compositions chimiques existant entre la brasure et le métal de base seraient responsables de ces différences de concentration d'éléments.

La partie du joint brasé correspondant au début de l'eutectique (MBC) ayant un écartement de 22 μ m a produit les microstructures présentées dans les figures 23, 24 et 25. Comme pour la partie précédente, les numéros sur les micrographies identifient les différents points de mesure.



Figure 23 Microstructure MEB type illustrant l'aspect général de la région début d'eutectique (MBC) d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2



Figure 24 Microstructure MEB type illustrant la microstructure en début d'eutectique d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2



Figure 25 Microstructure MEB type montrant la zone de diffusion située en début d'eutectique pour un joint brasé avec l'alliage BNi-2

La région du joint correspondant au début de l'eutectique (MBC) comprend les phases et structures suivantes :

- Les régions 1 et 7 correspondent à la phase γ-nickel, solution solide riche en Cr, Fe et Si, qui forme la matrice du joint brasé. La région 7, zone d'interface métal d'apport-métal de base, correspond à la même phase mais avec moins de Si et de Ni et plus de Fe et de Cr;
- La région 2 est une phase riche en Ni et probablement en B correspondant à des borures de nickel (Ni₂B) qui sont présents au début de l'eutectique;
- La région 4 est une solution solide riche en Ni et Si correspondant à des siliciures de nickel (Ni₃Si), résidus de la structure eutectique ternaire non complètement diffusée;
- La région identifiée 7a correspond à des porosités.

Les compositions chimiques des phases de la région début d'eutectique sont très similaires à celles obtenues pour une portion de joint ayant un écartement plus large, sauf pour les microstructures qui ne se retrouvent que dans la phase eutectique. Dans

ces cas, la diffusion les a presque éliminé, il est donc normal que la composition de ces phases se soit modifiée pour tendre vers la concentration d'équilibre du milieu. On note la présence d'un grand nombre de petites porosités, dites de Kirkendall, près de l'interface métal d'apport-métal de base (région 7a) sans doute résultant de la diffusion non symétrique des éléments. Ces porosités, qui ont des dimensions de l'ordre du micron, sont espacées de quelques microns à plusieurs dizaines de microns selon les endroits examinés.

3.2.1.3 Essais de microdureté

La prise de mesures de microdureté a été effectuée sous forme de profils de dureté à différents endroits à travers le joint brasé et de manière ponctuelle pour vérifier la dureté de certaines phases et précipités. Seuls les résultats présentant un intérêt particulier seront présentés, tels les profils dans des régions avec phases eutectiques et précipités et des régions libres d'eutectique possédant une microstructure relativement homogène.

Les résultats des mesures de dureté qui suivent proviennent d'une région ayant un écartement final d'environ 160 μ m, donc située près du centre du joint. Le graphique de la figure 26 montre le profil de dureté du joint brasé et du métal de base situé de chaque côté de ce même joint. Les mesures situées de part et d'autre du centre du graphique jusqu'à une distance d'environ ± 80 μ m appartiennent au joint brasé alors que les autres points correspondent à la zone de diffusion puis au métal de base.



Figure 26 Profil de dureté de la zone centrale d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 dans la condition « telle que brasée »

On remarque une grande variation de la dureté à l'intérieur du joint selon les phases analysées, de 302 à 964 HV. Les premiers points à l'extérieur du joint, à partir de \pm 80 μ m, correspondant à la zone de diffusion avec des valeurs maximales qui atteignent 629 HV donc supérieure au métal de base qui affiche une dureté moyenne de 582 HV. La dureté correspondant aux différentes phases ou zones présentes dans le joint brasé, telles qu'identifiées dans les micrographies, sont comme suit :

- Régions 1, 6 et 7, solution solide γ -nickel, 300 à 420 HV;
- Région 2, eutectique binaire (siliciures et borures), environ 1200 HV;
- Région 3, eutectique ternaire (siliciures et borures), environ 1100 HV;
- Région 5, précipités (borures de chrome), environ 2100 à 2800 HV;
- Régions 8 et 9, zone de diffusion (borures et précipités aux joints de grains), environ 580 à 630 HV;
- Régions 9a, 10a et 10b, précipités (borures et carbures), environ 2600 à 2900 HV;
- Régions 10 et 11, métal de base, environ 580 HV.

Les dimensions des empreintes de microdureté des différentes phases analysées ont été vérifiées à l'aide de micrographies prises avec le MEB étant donné leurs très petites tailles, surtout en ce qui concerne les précipités et phases eutectiques. La micrographie de la figure 27 correspond à une région analysée dans la zone eutectique d'un joint brasé où les empreintes ont été prises dans la phase solution solide γ -nickel ainsi que dans des borures de chrome (CrB).



Figure 27 Microstructure MEB type montrant des empreintes de microdureté dans différentes phases pour un joint brasé avec l'alliage BNi-2

Un profil de dureté a également été effectué dans la portion du joint située au début de l'eutectique où l'écartement mesurait 50 μ m. Le graphique qui suit illustre le profil de dureté obtenu (figure 28). Les mesures situées de part et d'autre du centre du graphique jusqu'à une distance d'environ $\pm 25 \ \mu$ m appartiennent au joint brasé alors que les autres points correspondent à la zone de diffusion puis au métal de base.



Figure 28 Profil de dureté en début d'eutectique dans un joint brasé avec l'alliage BNi-2 dans la condition « telle que brasée »

Dans ce cas-ci, la dureté à l'intérieur du joint est bien inférieure à celle du métal de base, soit environ 400 HV, étant donné que la microstructure est plus homogène. Le point du centre a une dureté légèrement plus élevée, il a été pris dans une zone où il y avait un mince liserai de phase eutectique. On remarque que tout comme dans le cas précédent la zone de diffusion affiche une dureté légèrement plus élevée, avec des valeurs jusqu'à 630 HV, que le métal de base qui se situe en moyenne à 582 HV. Un point dans le métal de base a une dureté de 840 HV. Cette région contient un précipité situé au joint de grain de l'alliage.

3.2.2 Alliage PALNICRO 36M (CPW 475)

Dans la section qui suit, les résultats obtenus à partir d'échantillons brasés avec le métal d'apport CPW 475 à 1025 ^oC (1875 ^oF) pour 10 minutes seront présentés. Suite à l'examen visuel de routine après brasage, les spécimens ont été évalués par les méthodes conventionnelles de microscopie optique, microscopie électronique à balayage et d'essais de microdureté.

3.2.2.1 Microscopie optique

Comme pour le métal d'apport précédent, l'examen a aussi permis d'apprécier la répartition des différentes phases et précipités en présence. On remarque la présence d'une zone eutectique centrale couvrant la presque totalité de l'épaisseur du joint (environ 200 μ m) de même que plusieurs gros précipités foncés surtout situés en périphérie de la zone eutectique. Pour cet alliage, les précipités sont moins nombreux que pour le métal d'apport précédent On en retrouve aussi quelques-uns au centre de la zone eutectique. On note également une zone pâle uniforme, continue et très étroite près de l'interface métal d'apport-métal de base. Il est intéressant de noter qu'à l'intérieur de cette zone, se trouve une bande très étroite et quelque peu diffuse située directement à l'interface où on retrouve une structure très fine. La largeur de la zone pâle est relativement constante le long du joint et a en moyenne 23 μ m. Cette phase se retrouve également au sein de la structure eutectique centrale du joint. La microstructure décrite demeure similaire pour toutes les valeurs de jeu (figure 29) sauf au début de l'eutectique, correspondant à la MBC, où la phase pâle uniforme remplit toute l'épaisseur du joint (figure 30). La valeur de MBC à ce point mesurait 44 μ m. Une zone de diffusion existe dans le métal de base, région sombre de chaque côté du joint brasé, dont l'épaisseur mesurait en moyenne de 36 μ m.



Figure 29 Microstructure type près du centre d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475



Figure 30 Microstructure type prise en début d'eutectique dans un joint brasé avec l'alliage CPW 475

3.2.2.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

L'examen de la microstructure a permis de bien discerner les différentes phases et précipités présents dans le joint brasé. La région eutectique centrale et la zone de diffusion comprennent plusieurs phases différentes identifiées par des numéros sur les micrographies des figures 31, 32 et 33 correspondant à des mesures EDS. Le tableau IV à l'annexe 5 résume les résultats des analyses de composition chimique obtenues.



Figure 31 Microstructure MEB type montrant l'ensemble d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475. Les numéros servent à identifier les différentes régions analysées.



Figure 32 Microstructure MEB type de la zone eutectique centrale d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475



Figure 33 Microstructure MEB type illustrant l'interface métal d'apport-métal de base et la zone de diffusion d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475

Le joint brasé comprend le mélange de phases et structures suivantes :

 La région 1 est une phase riche en Ni et probablement en B correspondant à des borures de nickel (Ni₂B);

- Les régions 2, 3, 6 et 7 correspondent à la même phase qui est une solution solide Ni-Cr-Pd-Fe très riche en nickel répartie dans tout le joint brasé. La région 2 est légèrement plus riche en Si que la région 3, elle se retrouve sur le pourtour de cette dernière et sert de transition. La région 7, zone d'interface métal d'apportmétal de base contient un peu moins de Pd et Ni et plus de Fe et Cr;
- Les régions 4 et 5 contiennent des précipités très riches en Cr correspondant à des borures de chrome (CrB). Ceux de la région 5 sont cependant beaucoup plus fins et de forme allongée;
- La région 4a contient des précipités riches en Si et en Pd correspondant probablement à des siliciures de palladium (Pd₂Si).

La partie centrale du joint comprend des structures eutectiques et des précipités. La phase qui est une solution solide nickel-chrome-palladium-fer en est une de première solidification se formant durant la solidification isotherme. La grande solubilité du nickel et du palladium est responsable de la formation de cette phase formant la matrice du joint brasé. La présence d'éléments tels le chrome et le fer dans la solution solide partout dans le joint résulte de la dissolution d'une partie du métal de base à l'étape initiale du mouillage. La seconde phase (région 1), riche en nickel, se solidifie par la suite et forme un eutectique binaire (Ni₂B) avec la solution solide nickel-chromepalladium-fer. Des précipités tels des borures de chrome (CrB) et des siliciures de palladium (Pd₂Si) se forment suite à un enrichissement du liquide restant causé par le rejet du chrome et du silicium. Il est intéressant de noter que comme dans le cas précédent (section 3.2.1.2), il existe un gradient de composition chimique entre les régions analysées 6 et 7, ce qui indique que la région 7 se serait solidifiée avant la région 6. Ceci s'explique par le fait que la région 6 a un pourcentage de palladium et de nickel plus élevé qui résulte d'un enrichissement provenant du métal d'apport avec des pourcentages plus bas en chrome et en fer, éléments provenant du métal de base. La région 7 est également particulière puisqu'elle renferme des précipités très fins et de forme allongée s'apparentant à des borures de chrome, région 7a de l'analyse EDS. La littérature est très restreinte concernant la microstructure de cet alliage. Plusieurs phases n'ont pas pu être identifiées de manière certaine étant donné l'impossibilité de détecter le bore par la méthode d'analyse par EDS utilisée dans cette étude.

La zone de diffusion comprend les structures suivantes (figure 33) :

Les régions 8, 9 et 10 affichent des compositions chimiques voisines de celle du métal de base (11), mais avec des gradients de composition plus on s'approche du joint brasé. On observe des pourcentages de Cr plus élevés alors que le Ni et de Fe ont des concentrations légèrement moins élevés que le métal de base (11). On observe que ces régions sont riches en Nb, surtout aux joints de grains de l'alliage et contiennent possiblement des borures de niobium (NbB).

Contrairement au nickel pour l'alliage BNi-2, la présence d'un pourcentage de chrome plus élevé que de nickel dans le métal de base près de l'interface du joint brasé dans le cas de l'alliage CPW 475, est probablement attribuable aux différences de compositions chimiques entre ces deux alliages de brasage. En effet, comme le CPW 475 compte 32 % de moins de nickel que le BNi-2 et ce, pour des concentrations similaires en chrome, il est probable que globalement suite à la diffusion on retrouve des pourcentages plus élevés de chrome que de nickel dans le métal de base. Ceci est probablement causé par la plus petite quantité de nickel qui aura diffusé de la brasure vers le métal de base dans le cas du métal d'apport CPW 475 étant donné le plus faible taux de nickel disponible au départ.

La partie du joint brasé correspondant au début de l'eutectique (MBC) et ayant un écartement de 44 μ m a produit les microstructures présentées dans les figures 34, 35 et 36. Comme pour la partie précédente, les numéros sur les micrographies identifient les différentes régions analysées.



Figure 34 Microstructure MEB type illustrant l'aspect général de la région début d'eutectique (MBC) d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475



Figure 35 Microstructure MEB type illustrant la microstructure en début d'eutectique d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475



Figure 36 Microstructure MEB type montrant la zone de diffusion située en début d'eutectique pour un joint brasé avec l'alliage CPW 475

La région du joint correspondant au début de l'eutectique (MBC) comprend les phases et structures suivantes :

- La région 1 est une phase riche en Ni et probablement en B correspondant à des borures de nickel (Ni₂B);
- Les régions 3, 6 et 7 correspondent à la solution solide Ni-Cr-Pd-Fe qui est très riche en nickel. Cette phase forme la matrice du joint brasé. La région 7, zone d'interface métal d'apport-métal de base ayant une composition voisine de la phase 6, mais avec moins de Pd et Ni et plus de Fe et Cr;
- La région 4a contient des précipités riches en Si et en Pd correspondant probablement à des siliciures de palladium (Pd₂Si).

Comme pour le cas précédent, les compositions chimiques des phases de la région début d'eutectique sont très similaires à celles obtenues pour une portion de joint ayant un écartement plus large (voir le tableau IV à l'annexe 5).

3.2.2.3 Essais de microdureté

Les mesures de microdureté ont été effectuées sous forme de profils de dureté à différents endroits à travers le joint brasé et de manière ponctuelle pour vérifier la dureté de certaines phases et précipités. Les résultats de mesures de dureté qui suivent proviennent d'une région située près du centre du joint ayant un écartement d'environ 150 μ m. Le graphique de la figure 37 montre le profil de dureté du joint brasé et du métal de base situé de chaque côté de ce même joint. Les mesures situées de part et d'autre du centre du graphique jusqu'à une distance d'environ $\pm 60 \mu$ m appartiennent au joint brasé alors que les autres points correspondent à la zone de diffusion puis au métal de base.



Figure 37 Profil de dureté de la zone centrale d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 dans la condition « telle que brasée »

On remarque selon les phases analysées une très grande variation de la dureté à l'intérieur du joint, de 280 à 1562 HV. Les premiers points à l'extérieur du joint, à partir de \pm 60 μ m, correspondent à la zone de diffusion et ont une dureté qui atteint 583 HV par endroit, donc supérieure au métal de base qui affiche une dureté moyenne de

505 HV. La dureté correspondant aux différentes phases ou zones présentes dans le joint brasé, telles qu'identifiées dans les micrographies, sont comme suit :

- Régions 2, 3 et 6, solution solide Ni-Cr-Pd-Fe formant la matrice du joint, 290 à 350 HV;
- Région 1, eutectique binaire (siliciures et borures), environ 1250 à 1450 HV;
- Région 4, précipités (borures de chrome), environ 2100 à 2800 HV;
- Région 4a, précipités (siliciures de palladium), environ 600 HV;
- Région 7, zone de réaction avec précipités fins (borures), environ 420 à 580 HV;
- Régions 8 et 9, zone de diffusion (borures et précipités aux joints de grains), environ 490 à 600 HV;
- Régions 9 et 10, précipités (borures et carbures), environ 2500 à 3000 HV;
- Régions 10 et 11, métal de base, moyenne d'environ 505 HV.

Tout comme pour l'alliage de brasage précédent, les dimensions des empreintes de microdureté des différentes phases analysées ont été vérifiées à l'aide de micrographies MEB étant donné leurs très petites tailles, surtout pour la phase eutectique et les précipités. La micrographie de la figure 38 correspond à une région analysée dans la zone eutectique d'un joint brasé où les empreintes ont été prises dans la phase correspondant à la solution solide nickel-chrome-palladium-fer ainsi que dans un précipité noir, un borure de chrome (CrB).



Figure 38 Microstructure MEB type montrant des empreintes de microdureté dans différentes phases pour un joint brasé avec l'alliage CPW 475

Un profil de dureté a également été effectué dans la portion du joint située au début de l'eutectique où l'écartement mesurait environ 55 μ m. Le graphique qui suit illustre le profil de dureté obtenu (figure 39). Les mesures situées de part et d'autre du centre du graphique jusqu'à une distance de $\pm 26 \ \mu$ m appartiennent au joint brasé alors que les autres points correspondent à la zone de diffusion puis au métal de base.



Figure 39 Profil de dureté en début d'eutectique dans un joint brasé avec l'alliage CPW 475 dans la condition « telle que brasée »

Dans ce cas-ci, la dureté à l'intérieur du joint est bien inférieure à celle du métal de base étant donné l'absence d'eutectique et précipités. Le point du centre a une dureté légèrement plus élevée, il a été pris dans une zone où se trouvait un mince liserai de phase eutectique. On remarque que la zone de diffusion a une dureté similaire à celle du métal de base. Ceci est probablement attribuable au fait que relativement peu de bore a diffusé vers le métal de base étant donné l'étroitesse du joint à cet endroit et à la quantité réduite de métal d'apport dans le joint, limitant la précipitation de borures de niobium aux joints de grains.

3.3 Effets d'un traitement de diffusion postbrasage de 240 minutes sur la microstructure

Des essais ont été effectués dans le but d'évaluer les effets de la diffusion à l'état solide à modifier la microstructure de joints brasés produits avec les deux alliages de brasage. Deux séries d'essais à des temps de diffusion de 10 et 240 minutes ont été faits juste en dessous des températures de solidus des métaux d'apport. L'alliage BNi-2 et CPW 475 ont été traités respectivement à 955 $^{\circ}$ C (1750 $^{\circ}$ F) et 815 $^{\circ}$ C (1500 $^{\circ}$ F).

Les essais après 10 minutes de diffusion n'ont pas apporté de modifications significatives à la microstructure. Il n'y avait aucune différence notable entre les résultats de ces essais et ceux après un brasage conventionnel de 10 minutes. Par conséquent, ces essais ne seront pas considérés dans cette partie de l'étude.

3.3.1 Alliage BNi-2 (AMS 4777)

Les sections qui suivent présentent les résultats obtenus suite au traitement thermique de diffusion de 240 minutes effectué à une température de 955 ^oC (1750 ^oF) sur les échantillons brasés avec le métal d'apport BNi-2. Les mêmes techniques d'évaluation que celles décrites à la section 3.2.1 ont été utilisées.

3.3.1.1 Microscopie optique

La microstructure du joint brasé est dans ce cas très semblable à celle observée dans l'échantillon de la condition « telle que brasée » décrit à la section précédente. La zone eutectique occupe toujours la partie centrale du joint où l'on trouve encore de gros précipités foncés en périphérie de la zone eutectique. On note cependant certaines améliorations, notamment au niveau de la phase γ -nickel située à l'interface métal d'apport-métal de base qui s'est épaissie et forme maintenant des plages plus grandes dans la zone eutectique. Elle a actuellement une largeur moyenne 24 μ m, soit une augmentation de 63 %. La microstructure demeure similaire pour toutes les valeurs d'écartements, sauf en début d'eutectique, où la MBC s'est accrue et mesure maintenant 54 μ m, une augmentation de 142 %. La zone de diffusion s'est aussi élargie et mesure en moyenne 63 μ m, soit 149 % de plus.

3.3.1.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

L'examen à l'aide du MEB couplé à l'analyse chimique des éléments par EDS a confirmé l'évaluation par microscopie optique quant aux différentes microstructures présentes dans le joint brasé. On retrouve donc les mêmes phases, bien que certaines aient subies des modifications du point de vue de la surface occupée dans le joint. Les principales améliorations liées à la diffusion dans la partie centrale du joint se situent au niveau de la phase γ -nickel (régions 1 et 6) qui a crûe au dépend de l'eutectique binaire (région 2) et de l'eutectique ternaire (région 3), qui est devenue une structure plus grossière et moins abondante (figures 40 et 41). La région 1a, une variante de la solution solide γ -nickel qui était visible à la figure 20, n'est plus discernable, car la diffusion a homogénéisé la structure et fait disparaître cette phase. Cette évaluation a aussi permis de confirmer que la composition chimique des différentes microstructures observées n'a subi que de légères modifications par rapport à l'échantillon de contrôle dans la condition « telle que brasée ». Le pourcentage de silicium s'est modifié d'une manière plus évidente suite à la diffusion (voir tableau V à l'annexe 5).


Figure 40 Microstructure MEB type montrant l'aspect général d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 après un traitement de diffusion de 240 min.



Figure 41 Microstructure MEB type montrant la zone eutectique centrale d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 après un traitement de diffusion de 240 min.

La région du joint correspondant au début de l'eutectique (MBC) a aussi été examinée. Cette dernière avait la particularité de contenir quelques gros précipités (région 5). Ces borures de chrome n'étaient pas présents à cet endroit dans l'échantillon de référence. Ils n'ont sans doute pas été dissout au même rythme que la phase eutectique lors du traitement de diffusion, ce qui expliquerait leurs présence au début de l'eutectique dans ce cas-ci. La composition chimique des différentes phases n'a pas changé de manière significative par rapport à l'échantillon de contrôle. La micrographie de la figure 42 montre le joint à la position début d'eutectique.



Figure 42 Microstructure MEB type illustrant l'aspect général de la région début d'eutectique (MBC) d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 suite à un traitement de diffusion de 240 min.

3.3.2 Alliage PALNICRO 36M (CPW 475)

Les paragraphes qui suivent présentent les résultats obtenus suite au traitement thermique de diffusion de 240 minutes effectué à une température de 815 0 C (1500 0 F) sur les échantillons brasés avec le métal d'apport CPW 475.

3.3.2.1 Microscopie optique

De manière globale, la microstructure du joint brasé est semblable à celle observée dans l'échantillon de la condition « telle que brasée ». Bien que la zone eutectique occupe toujours la partie centrale du joint, il y a une diminution significative du nombre de gros précipités foncés (borures de chrome) qui se trouvaient en périphérie de la zone eutectique. De plus, on note l'apparition d'une grande quantité de précipités fins situés à travers la zone eutectique de même que près de l'interface du joint où ils sont très difficilement identifiables (présentés à la section suivante). On remarque que la largeur de la phase solution solide nickel-chrome-palladium-fer située de part et d'autre de l'eutectique et à l'interface métal d'apport-métal de base est demeurée stable. Elle a actuellement une largeur moyenne 21,5 μ m. L'écartement de la MBC s'est accrue et mesure maintenant 54 μ m, soit une augmentation de 22 %. La zone de diffusion s'est aussi élargie et mesure en moyenne 41 μ m, soit 14 % de plus.

3.3.2.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

On remarque un certain nombre de changements dans la microstructure du joint dans la région centrale où l'écartement mesure environ 155 μ m. En plus de la presque élimination des borures de chrome (figure 43), on note que la région 2, solution solide nickel-chrome-palladium-fer qui était visible à la figure 32, n'est plus discernable sans doute à cause de l'homogénéisation de la composition de la matrice par la diffusion. Une grande quantité de précipités fins (région 5), souvent sous forme d'amas et très riche en Cr tout comme ceux de la région 4, sont apparus (figure 44). Un grand nombre de très petits précipités riches en palladium (siliciures, région 7b) et en chrome (borures, région 7a) se sont formés dans la région 7 (figure 45). On note enfin une fragmentation de la structure eutectique ainsi qu'un enrichissement en palladium des microstructures des régions 4, 5 et 7 (voir tableau VI à l'annexe 5).



Figure 43 Microstructure MEB type montrant l'ensemble d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 suite à un traitement de diffusion de 240 min.



Figure 44 Microstructure MEB type illustrant la zone eutectique centrale d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 suite à un traitement de diffusion de 240 min.



Figure 45 Microstructure MEB; précipités dans la zone d'interface métal d'apportmétal de base d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 suite à un traitement de diffusion de 240 min.

La région du joint qui correspondait au début de l'eutectique (MBC) et mesurait 54 μ m avait la particularité de contenir quelques gros précipités. Ces borures de chrome (région 5) n'étaient pas présents à la position début d'eutectique dans le joint de référence. Ils n'ont sans doute pas été dissout au même rythme que la phase eutectique lors du traitement de diffusion, ce qui pourrait explique leurs présence à cet endroit dans ce cas-ci. La composition chimique des différentes phases n'a pas changé de manière significative par rapport à l'échantillon de contrôle.

3.4 Effets d'essais de brasage prolongé pour une période de 60 minutes sur la microstructure

Suite aux piètres résultats obtenus avec les essais de diffusion en fonction du temps de traitement, il a été décidé de procéder à des essais de brasage prolongé pour tenter d'améliorer davantage la microstructure des joints brasés. Des échantillons ont donc été brasés en utilisant les mêmes paramètres que les échantillons témoins, mais pour des périodes de temps plus longues.

3.4.1 Alliage BNi-2 (AMS 4777)

Dans cette partie, les résultats obtenus à partir d'échantillons brasés avec le métal d'apport BNi-2 à 1050 °C (1925 °F) pour 60 minutes seront présentés.

3.4.1.1 Microscopie optique

Le brasage prolongé a amélioré la microstructure du joint brasé d'une manière très significative par rapport à l'échantillon témoin dans la condition « telle que brasée ». La région eutectique a considérablement diminué de taille au profit de la phase γ -nickel située à l'interface métal d'apport-métal de base qui s'est élargie et ce, pour une valeur d'écartement initial des tôles similaire de 215 μ m à la position correspondant au centre du joint. La phase γ -nickel a actuellement une épaisseur moyenne de 30,5 μ m, soit une augmentation de 105 %. Les précipités dans l'eutectique sont toujours présents mais en moins grand nombre et de plus petite taille (comparer figure 46 avec figure 17). L'écartement à la MBC s'est accrue et mesure maintenant 68 μ m, une augmentation de 203 %. La zone de diffusion s'est aussi élargie et mesure en moyenne 93 μ m, une augmentation de 266 %.



Figure 46 Microstructure type près du centre d'un joint brasé pendant 60 min. avec l'alliage BNi-2

3.4.1.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Dans la partie centrale du joint, la phase γ -nickel (régions 1 et 6, figure 47) s'est accrue au dépend de l'eutectique binaire (régions 2 et 2a) et de l'eutectique ternaire (région 3) qui a pratiquement été éliminé. La région 1a, une variante de la solution solide γ -nickel qui était visible à la figure 20, n'est plus discernable, l'homogénéisation de la structure au moment du brasage l'ayant fait disparaître. On observe quelques siliciures de nickel isolés dans la zone proche de l'interface du joint (région 7, figure 47). La composition chimique des différentes microstructures observées n'a subi que de légères modifications par rapport à l'échantillon de contrôle dans la condition « telle que brasée » sauf en ce qui concerne l'eutectique binaire et ternaire (régions 2a et 3, figure 48). Dans la région 3, les deux composantes de cette phase eutectique (régions 4 et 4a) se sont considérablement enrichies en silicium alors que la région 2a s'est enrichie en Nb. En fait, c'est le pourcentage de silicium qui a le plus varié dans les régions étudiées en raison de la diffusion (voir tableau VII à l'annexe 5).



Figure 47 Microstructure MEB type montrant l'aspect général d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 après un brasage prolongé de 60 min.



Figure 48 Microstructure MEB type montrant la zone eutectique centrale d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 après un brasage prolongé de 60 min.

L'examen de la région du joint correspondant au début de l'eutectique (MBC) a montré la présence d'un certain nombre de siliciures de nickel réparties aléatoirement près de l'interface métal d'apport-métal de base (région 7a, figure 49) et dans la zone située près du centre du joint (région 1a, figure 49). La microstructure de la région 1, solution solide γ -nickel, forme la matrice du joint. La composition chimique des différentes phases n'a pas changé de manière significative par rapport à l'échantillon de contrôle sauf pour le silicium tel que mentionné précédemment.



Figure 49 Microstructure MEB type montrant la région début d'eutectique (MBC) d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 suite à un brasage prolongé de 60 min.

3.4.2 Alliage PALNICRO 36M (CPW 475)

Dans cette partie, les résultats obtenus à partir d'échantillons brasés avec le métal d'apport CPW 475 à une température de 1025 ^oC (1875 ^oF) pour 60 minutes seront présentés.

3.4.2.1 Microscopie optique

Tout comme pour l'alliage BNi-2, le brasage prolongé a apporté des améliorations à la microstructure du joint brasé par rapport à celle de l'échantillon dans la condition « telle que brasée ». Bien que la zone eutectique occupe toujours la partie centrale du

joint, on note une diminution significative du nombre et voir même l'élimination dans certaines portions de joint des gros précipités foncés (borures de chrome) qui se trouvaient en périphérie de la zone eutectique. Il y a cependant formation d'une grande quantité de précipités fins de forme allongée situés à travers la zone eutectique de même que près de l'interface du joint. On remarque que la largeur de la phase solution solide nickel-chrome-palladium-fer située de part et d'autre de l'eutectique et qui inclut l'interface métal d'apport-métal de base, s'est accrue : elle mesure maintenant environ 44 μ m, une augmentation de 49 %. La microstructure demeure similaire pour toutes les valeurs d'écartement. La MBC s'est accrue et mesure maintenant 81 μ m, soit 82 % de plus. La zone de diffusion s'est aussi élargie et mesure en moyenne 70 μ m, une augmentation de 95 %. La micrographie de la figure 50 illustre la microstructure observée dans la région centrale du joint.



Figure 50 Microstructure type près du centre d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 suite à un brasage prolongé de 60 min.

3.4.2.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Le brasage prolongé a amené un certain nombre de changements dans la microstructure en particulier au niveau des précipités. On observe une fragmentation de la structure eutectique ainsi qu'une diminution significative du nombre de gros précipités (région 4; comparer figure 31 avec figure 51) au profit de la prolifération d'une grande quantité de précipités fins (région 5, figure 52), souvent sous forme d'amas et très riche en chrome tout comme ceux de la région 4. Cette condition est similaire à celle observée après un cycle de diffusion de 240 minutes mais la précipitation est plus importante dans la région eutectique ainsi que dans la région 7 (figure 53). En effet, la région 7 comprend un grand nombre de très petits précipités riches en chrome, mesurant entre 1 et 2 microns, et répartis sur toute la longueur du joint (région 7a). On note enfin un enrichissement en palladium de la microstructure de la région 2 (siliciures de palladium) (voir tableau VIII à l'annexe 5).



Figure 51 Microstructure MEB type montrant l'ensemble d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 suite à un brasage prolongé de 60 min.



Figure 52 Microstructure MEB type illustrant la zone eutectique centrale d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 suite à un brasage prolongé de 60 min.



Figure 53 Microstructure MEB; précipités dans la zone d'interface métal d'apportmétal de base d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 suite à un brasage prolongé de 60 min.

La région du joint correspondant au début de l'eutectique (MBC) et mesurant 81 μ m renferme une grande quantité de précipités fins (région 5) situés près de l'interface métal d'apport-métal de base, et similaires à ceux présentés à la figure 53. Ces précipités se

retrouvent sur toute la longueur du joint brasé. La composition chimique des différentes phases s'est modifiée en suivant la même tendance que celle mentionné pour la partie centrale de l'échantillon mentionnée précédemment.

3.5 Effets d'essais de brasage prolongé pour une période de 120 minutes sur la microstructure

Des essais de brasage prolongé pour une période de 120 minutes ont également été effectués afin de tenter d'établir une limite raisonnable de temps de brasage qui procurerait une amélioration significative de la microstructure des joints. Ces résultats qui seront présentés dans les sections qui suivent.

3.5.1 Alliage BNi-2 (AMS 4777)

Dans cette partie, les résultats obtenus à partir d'échantillons brasés avec le métal d'apport BNi-2 à une température de 1050 °C (1925 °F) pour 120 minutes seront présentés.

3.5.1.1 Microscopie optique

Le brasage prolongé a amélioré la microstructure du joint brasé d'une manière très significative par rapport à l'échantillon témoin dans la condition « telle que brasée » mais très peu lorsqu'on le compare à celui de la condition « brasage prolongé 60 minutes ». La région eutectique a considérablement diminué de taille au profit de la phase γ -nickel située à l'interface métal d'apport-métal de base. Cette dernière s'est élargie à une valeur de 43 μ m en moyenne et ce, pour un écartement des tôles d'environ 184 μ m, une augmentation de 186 % par rapport à la référence et 40 % par rapport à un brasage deux fois moins long. Les précipités dans l'eutectique sont toujours présents, mais en moins grand nombre et de plus petite taille que la référence, tout comme pour l'échantillon brasé 60 minutes. La microstructure de l'échantillon demeure similaire

pour toutes les valeurs d'écartement sauf au début de l'eutectique (MBC) où l'écartement s'est accrue et mesure maintenant 88 μ m, une augmentation de 294 % par rapport à la référence et 30 % par rapport à un brasage de 60 minutes. La zone de diffusion s'est aussi élargie et mesure en moyenne 115 μ m, soit 354 % de plus.

3.5.1.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microstructure observée lors de l'examen par microscopie à balayage, bien qu'elle se soit améliorée de manière substantielle par rapport à l'échantillon de référence dans la condition « telle que brasée », est tout à fait similaire à la condition décrite à la section 3.4.1.2 pour l'échantillon brasé 60 minutes. Les micrographies des figures 54 et 55 en illustrent les structures observées. Le tableau IX à l'annexe 5 présente les résultats obtenus suite aux analyses de composition chimique.



Figure 54 Microstructure MEB type montrant l'aspect général d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 après un brasage prolongé de 120 min.



Figure 55 Microstructure MEB type montrant la zone eutectique centrale d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 après un brasage prolongé de 120 min.

3.5.2 Alliage PALNICRO 36M (CPW 475)

Dans cette partie, les résultats obtenus à partir d'échantillons brasés avec le métal d'apport CPW 475 à une température de 1025 ^oC (1875 ^oF) pour 120 minutes seront présentés.

3.5.2.1 Microscopie optique

Le brasage prolongé a apporté des améliorations très significatives à la microstructure du joint brasé par rapport à celle de l'échantillon dans la condition « telle que brasée » mais beaucoup moins importantes lorsque comparé à la condition « brasage prolongé 60 minutes ». La zone eutectique occupe toujours la partie centrale du joint mais est plus compacte et étroite et les gros précipités foncés (borures de chrome) qui se trouvaient en périphérie de la zone eutectique ont presque été éliminés. La largeur de la phase solution solide nickel-chrome-palladium-fer située de part et d'autre de l'eutectique et à l'interface métal d'apport-métal de base s'est accrue; elle mesure actuellement en moyenne environ 48 μ m, une augmentation de 112 % par rapport à la référence et 9 % par rapport à un brasage deux fois moins long. La microstructure demeure similaire pour toutes les valeurs d'écartement sauf en début d'eutectique (MBC) où l'écartement s'est accrue et mesure maintenant 94 μ m, soit une augmentation de 112 % par rapport à la référence et 16 % par rapport à un brasage de 60 minutes. La zone de diffusion s'est aussi élargie et mesure en moyenne 101 μ m, une augmentation de 180 %.

3.5.2.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microstructure observée lors de l'examen par microscopie à balayage, bien qu'elle se soit améliorée de manière substantielle par rapport à l'échantillon de référence dans la condition « telle que brasée », est très semblable à la condition décrite à la section 3.4.2.2 pour l'échantillon brasé 60 minutes, sauf en ce qui concerne la présence de fins précipités. Dans le cas présent, on note une réduction importante du nombre et de la taille de précipités fins répartis à travers la zone eutectique (figure 56). Il en subsiste quelques îlots répartis surtout en périphérie de la région eutectique (figure 57). Les précipités sont cependant encore très présents et en grand nombre près de l'interface du joint. Le tableau X à l'annexe 5 présente les résultats obtenus suite aux analyses de composition chimique.



Figure 56 Microstructure MEB type montrant l'ensemble d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 suite à un brasage prolongé de 120 min.



Figure 57 Microstructure MEB type illustrant la zone eutectique centrale d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 suite à un brasage prolongé de 120 min.

3.6 Effet des traitements thermiques et du brasage prolongé sur la microdureté

Les analyses de microdureté effectuées à l'aide de profils de dureté pris à travers les joints brasés et mesures ponctuelles sur des phases spécifiques ont démontré très peu de variations entre les résultats obtenus et les différentes conditions de traitement thermique et de brasage étudiées. Pour tous les essais effectués dans le cadre de cette étude, aucun adoucissement significatif des structures eutectiques et des précipités n'a été noté. Il semble que les traitements thermiques de diffusion à l'état solide et le brasage prolongé, qui fait intervenir la diffusion liquide et solide, ont un impact minime sur la dureté des phases qui se forment dans les joints brasés. Lorsque les conditions de température et de concentration d'éléments sont réunies pour que certaines phases se forment, la cinétique de formation est telle que leurs compositions chimiques respectives sont sensiblement les mêmes et, par conséquent, la dureté des composés formés est relativement constante. Ces phases et précipités intermétalliques sont très stables et, une fois qu'ils sont formés, très difficiles à dissoudre aux températures des traitements thermiques de diffusion appropriées pour des matériaux de base tel l'inconel 718. Ces résultats démontrent l'importance d'utiliser des méthodes de brasage empêchant la formation de phases eutectiques et précipités durs et fragiles plutôt que de tenter de les éliminer des joints brasés.

Un cas s'écarte cependant légèrement des autres, et seulement en ce qui concerne la dureté obtenue dans la zone de diffusion où l'écartement du joint brasé était d'environ 115 μ m. Le profil de dureté correspondant à la position début d'eutectique de l'échantillon brasé 120 minutes avec l'alliage de brasage CPW 475 a présenté des duretés ayant des valeurs voisines de 800 HV dans la zone de diffusion. Ces quelques valeurs isolées qui font augmenter la dureté dans cette région sont sans doute attribuables à la présence de précipités (borures et carbures) situés aux joints de grains du métal de base. Il est probable que dans ce cas précis les mesures se soient retrouvées par hasard dans des zones contenant des précipités. On note que, tout comme pour les

autres analyses de dureté présentées précédemment, la dureté du joint brasé est bien inférieure à celle du métal de base lorsqu'il est libre de structures eutectiques et précipités. Le graphique de la figure 58 illustre le profil de dureté obtenu pour cet l'échantillon.



Figure 58 Profil de dureté en début d'eutectique pour un joint brasé avec l'alliage CPW 475 dans la condition « brasage prolongé 120 min. »

3.7 Comparaison et analyse des résultats dimensionnels

À ce moment, il convient de procéder à une comparaison des résultats dimensionnels obtenus au cours de cette étude en fonction des durées de traitement thermique et de brasage qu'ont subi les assemblages. Les mesures les plus significatives, dont la MBC ou écartement maximal libre de structures eutectiques et la profondeur de diffusion, seront comparées et analysées.

3.7.1 Traitement thermique de diffusion

La valeur de MBC est sans doute le paramètre clé, car il représente la mesure de l'écartement maximal qu'il est possible d'utiliser dans un assemblage garantissant une microstructure exempte de phases fragilisantes et, par conséquent, un joint brasé ayant une bonne ductilité. Le graphique de la figure 59 présente les résultats de MBC obtenus pour les deux alliages de brasage utilisés en fonction des temps de diffusion utilisés. Après 10 minutes de diffusion, la MBC demeure pratiquement inchangée par rapport à l'échantillon brasé de référence, bien que la MBC de l'alliage CPW 475 soit en moyenne nettement plus élevée. Un traitement thermique de diffusion de 240 minutes permet d'obtenir des valeurs de MBC aux environs de 54 μ m (0,002 po.), et ce, pour les deux alliages de brasage. Cette valeur d'écartement demeure assez faible compte tenu du temps de traitement.



Figure 59 Valeurs de MBC en fonction des temps de diffusion pour les matériaux d'apport BNi-2 et CPW 475

La profondeur de la zone de diffusion dans le métal de base est aussi un facteur important, car elle est fragilisée aux joints de grains par la diffusion d'éléments tel le bore qui forme des précipités (borures) et par la présence de carbures de niobium et de titane. Le graphique de la figure 60 illustre la variation de la profondeur de diffusion en fonction du temps de diffusion. On remarque que la profondeur de diffusion de l'alliage BNi-2 est nettement plus élevée pour le temps de diffusion le plus long.



Figure 60 Profondeur de diffusion en fonction des temps pour les alliages de brasage BNi-2 et CPW 475

3.7.2 Brasage prolongé

Le graphique de la figure 61 montre les résultats de MBC obtenus pour chacun des matériaux d'apport en fonction des différents temps de brasage utilisés dans cette étude. On remarque une augmentation très marquée de la MBC par rapport à l'échantillon de contrôle pour un temps de brasage de 60 minutes alors que la progression est nettement moins prononcée entre un échantillon brasé pendant 60 minutes et celui de 120 minutes. Les deux alliages, BNi-2 et CPW 475 ont un comportement similaire, même si le second

donne des résultats légèrement supérieurs. On peut donc atteindre des valeurs de MBC d'environ 90 μ m (0,0035 po.) en utilisant le brasage prolongé de 120 minutes.



Figure 61 Valeurs de MBC en fonction des temps de brasage pour les matériaux d'apport BNi-2 et CPW 475

Le graphique de la figure 62 présente la variation de la profondeur de diffusion en fonction des temps de brasage utilisés. On note une augmentation marquée de la largeur de la zone de diffusion à mesure que le temps de brasage s'accroît, l'alliage BNi-2 surpasse légèrement l'alliage CPW 475. La profondeur de diffusion atteint des valeurs assez élevées, jusqu'à environ 115 μ m (0,0045 po.) pour le brasage de 120 minutes, valeurs quand même acceptables, car, bien que la norme AMS 2675 limite la profondeur de diffusion des éléments de substitution à 102 μ m (0,004 po.), ce ne sont pas des éléments de substitution, mais bien le bore interstitiel qui diffuse aussi loin dans le métal de base.



Figure 62 Profondeur de diffusion en fonction des temps de brasage pour les matériaux d'apport BNi-2 et CPW 475

3.8 Examen des mauvais échantillons

Lors du développement des recettes de brasage, étape qui a dû être effectuée afin de pouvoir braser adéquatement les assemblages, un certain nombre d'échantillons ont été examinés afin de vérifier la mouillabilité et l'écoulement du métal d'apport dans les joints en fonction des différentes méthodes de préparation de surface.

Les figures qui suivent illustrent les résultats obtenus lorsque la surface est uniquement grenaillée en utilisant de l'oxyde d'aluminium et du carbure de silicium avec le métal d'apport BNi-2 et CPW 475 respectivement. L'angle de mouillage varie entre 65° et 87° pour l'alliage BNi-2 (figure 63) avec une surface préparée à l'oxyde d'aluminium, ce qui explique que le mouillage et l'écoulement ont été pratiquement nuls. La préparation au carbure de silicium avec l'alliage CPW 475 a donné un angle de mouillage variant entre 36° et 55° avec un mouillage et un écoulement médiocre (figure 64).

L'utilisation d'une grenaille plus adéquate à base de nickel comme le « Nicroblast » permet d'améliorer d'une manière très significative les conditions de mouillabilité. Les joints brasés des figures 65 et 66 illustrent bien les améliorations obtenues tant du point de vue de l'angle de mouillage qui oscille entre 6^0 et 11^0 que de l'écoulement et de l'étalement du métal d'apport. La présence de palladium dans l'alliage CPW 475 améliore la mouillabilité et l'étalement du métal de base comme le démontre la figure 66. Bien que l'angle de mouillage et l'étalement du métal d'apport étaient très bons, il y avait quand même un problème d'écoulement a été solutionné en appliquant une couche de nickel sur les surfaces des échantillons et en effectuant le brasage sous pression partielle d'argon à 800 microns, tel que mentionné respectivement aux sections 2.5.2 et 2.7 de ce rapport. Ces micrographies permettent également d'apport en fusion lors du mouillage.



Figure 63 Micrographie illustrant l'écoulement du métal d'apport pour un joint brasé avec l'alliage BNi-2 sur une surface grenaillée à l'oxyde d'aluminium



Figure 64 Micrographie illustrant l'écoulement du métal d'apport pour un joint brasé avec l'alliage CPW 475 sur une surface grenaillée au carbure de silicium



Figure 65 Micrographie illustrant l'écoulement du métal d'apport pour un joint brasé avec l'alliage BNi-2 sur une surface grenaillée avec un alliage de nickel



Figure 66 Micrographie illustrant l'écoulement du métal d'apport pour un joint brasé avec l'alliage CPW 475 sur une surface grenaillée avec un alliage à base de nickel

3.9 Lien entre la microscopie optique et la microscopie électronique

Les microstructures que l'on retrouve dans les joints brasés produits avec les alliages BNi-2 et CPW 475 sont très complexes et difficiles à identifier à partir de micrographies optiques. On doit d'utiliser des appareils sophistiqués, entre autre le microscope électronique à balayage (MEB) qui permet d'effectuer des analyses de composition chimique (EDS) dans des régions ciblées afin de pouvoir identifier les structures présentes dans la brasure. Une fois que les différentes phases et structures composant le joint brasé ont été identifiées à l'aide du MEB, il est possible d'établir la correspondance entre ces résultats et ceux obtenus par microscopie optique à différents grossissements. Une section a été préparée à ce sujet et peut servir de guide pour l'identification des différentes microstructures que l'on retrouve dans les joints, dans la condition « telle que brasée », et ce, pour les deux alliages de brasage utilisés dans cette étude (voir annexe 6).

DISCUSSION

Le brasage est un procédé fort complexe qui fait intervenir un grand nombre de variables non seulement au niveau du procédé lui-même, mais également au niveau des étapes de préparation des pièces. À la lecture de la littérature traitant du sujet, on réalise toute la complexité du processus de brasage ainsi que le niveau d'interaction qu'ont entre elles toutes ces variables. Le but des travaux effectués dans le cadre de cette étude consistait à analyser des microstructures produites dans les joints brasés à l'aide de deux alliages de brasage, BNi-2 (AMS 4777) et PALNICRO 36M (CPW 475), sur un superalliage de nickel, l'Inconel 718, comme substrat après un brasage conventionnel, des traitements thermiques de diffusion et des brasages prolongés.

Le point de départ d'une telle analyse passe par l'établissement d'une référence, qui, dans ce cas-ci, a été constituée par les données recueillies à partir des échantillons dans la condition « telle que brasée », soit après un cycle de brasage de 10 minutes. La microstructure de ces échantillons a révélé des structures correspondant assez bien aux résultats obtenus par d'autres chercheurs (Lebaili et al., 1987; Tung et al., 1996; Jang et al., 2003). Un joint brasé type avec l'alliage BNi-2 dans cette condition comprend une phase γ -nickel, solution solide riche en chrome, fer et silicium, qui longe l'interface métal d'apport-métal de base, une zone eutectique au centre qui remplit presque entièrement les joints larges; et des précipités (borures de chrome) qui bordent cette zone eutectique. La zone eutectique se compose elle-même de plusieurs phases dont un eutectique binaire, phase riche en nickel et probablement en bore (Ni₂B) qui se présente en région de forme allongée séparant la phase y-nickel de l'eutectique ternaire. Cet eutectique ternaire est formé de deux phases très finement entremêlées : une solution solide riche en nickel et silicium, des siliciures de nickel (Ni_3Si), et une phase riche en nickel et probablement en bore, des borures de nickel (Ni₃B). La complexité de formation de ces phases s'explique par l'enrichissement en bore, en chrome et en silicium du liquide eutectique au fur et à mesure que la solidification progresse. Le rejet de ces éléments donne lieu à la formation des différentes phases présentées, décrites à la section 3.2.1.2 et illustrées dans les figures 17, 19, 20 et 21. Au fur et à mesure que l'écartement diminue, la microstructure du joint brasé se modifie principalement à cause de la diffusion du bore vers le métal de base. La diffusion quasi complète du bore est dans ce cas, fonction de la température et du temps de maintien à la température de brasage et de la distance que les atomes peuvent parcourir. Ceci permet d'éliminer la phase eutectique et les précipités fragilisants et d'obtenir une matrice formée uniquement de la phase γ -nickel (figures 18 et 23). Cette phase de première solidification est essentiellement une solution solide de nickel et d'éléments résultant de la dissolution d'une partie du métal de base, comme le fer et le chrome. Elle se forme lors de la solidification isotherme de l'alliage (Roberts, 2004; Humpston et al., 1993; Roberts, 2004; Wu et al., 2000).

L'évaluation de la microstructure de l'alliage PALNICRO 36M (CPW 475) a été plus difficile étant donné qu'il a été très peu étudié au cours des années. Les travaux de recherche concernant cet alliage sont très peu nombreux : seulement quelques chercheurs s'y sont intéressé et ont fait mention de la présence de certaines phases et précipités (Lugscheider et al., 1983; Bose et al., 1986). À première vue, l'apparence générale du joint brasé dans la condition « telle que brasée » ressemble à celle de l'alliage BNi-2, en ce sens que la partie centrale du joint est presque complètement occupée par une phase eutectique et de gros précipités épars, des borures de chrome. Une solution solide riche en nickel, chrome, palladium et fer entourant la phase eutectique se forme lors du début de la solidification isotherme. Cette dernière résulte de la dissolution d'une portion du métal de base lors du mouillage comme c'était le cas pour l'alliage BNi-2. La région eutectique est moins complexe que pour l'alliage précédent; elle contient une phase riche en nickel et probablement en bore, l'eutectique binaire (Ni₂B) entrecoupé de plage de solution solide nickel-chrome-palladium-fer et des amas riches en silicium formant des siliciures de palladium (Pd₂Si). Les microstructures mentionnées sont décrites en détail à la section 3.2.2.2 et illustrées dans les figures 29,

31 et 32. En plus des gros précipités, on retrouve une grande quantité de petits précipités riches en chrome en forme d'aiguilles, des borures de chrome, qui sont aléatoirement répartis dans l'eutectique ainsi qu'à l'interface métal d'apport-métal de base (région 7, figure 33 et région 5 dans les figures 52 et 53). Ces petits précipités allongés forment souvent des réseaux continus qui rompent avec la matrice et pourraient sans doute fragiliser l'alliage. Tout comme pour l'alliage précédent, au fur et à mesure que l'écartement diminue et la diffusion aidant, la structure eutectique et les précipités disparaissent et la matrice du joint est alors formée par une solution solide de nickel, chrome, palladium et fer de faible dureté et relativement ductile (figures 30 et 34).

Pour les deux alliages étudiés, l'analyse chimique par EDS des structures présentes dans les joints a permis de discerner puis d'identifier les différentes phases observées. Cette analyse est cependant limitée, puisqu'elle ne permet pas de détecter les éléments ayant un poids atomique de dix et moins (Humpston et al., 1993), ce qui pose un problème, car le bore, qui est un élément clé s'alliant au nickel et au chrome pour former des borures, ne peut donc pas être détecté. Ceci est un obstacle à l'identification précise des microstructures en cause pour lesquelles il a fallu estimer certaines phases par déduction à partir des autres éléments révélés par l'analyse et les diagrammes de phases. De plus, il existe toujours une certaine imprécision dans les résultats obtenus, car, selon le volume de la phase évaluée, une portion du matériau environnant situé sous la surface est captée par l'analyse. L'analyse de petites structures est par conséquent assez imprécise et peut varier d'un endroit à l'autre sur la surface de l'échantillon comme en font foi les tableaux de compositions chimiques présentés à l'annexe 5.

La technique de MBC qui consiste à mesurer l'écartement du joint à l'endroit où ce dernier devient libre de structures eutectiques a été utilisée afin de pouvoir comparer les résultats des différents alliages entre eux après brasage et traitement thermique (Lugscheider et al., 1983; Sakamoto et al., 1989). Les résultats des essais dans la condition « telle que brasée » après un brasage de 10 minutes ont servi de référence et

ont été comparés aux autres conditions testées dans cette étude, soit un traitement thermique de diffusion de 240 minutes et le brasage prolongé pour des périodes de 60 et 120 minutes. Conjointement avec les mesures de MBC, la profondeur de la zone de diffusion dans le métal de base a été évaluée en fonction des conditions mentionnées précédemment. La zone de diffusion a également été examinée, car elle est le siège de transformations métallurgiques impliquant le bore, ce qui augmente la dureté et fragilise le métal de base surtout aux joints de grains de l'alliage (Wu et al., 2000; Zorc et al., 2000; Wu et al., 2001).

L'utilisation de traitements thermiques de diffusion suite au brasage conventionnel constitue une méthode fréquemment utilisée permettant d'améliorer la microstructure des joints brasés. La diffusion à l'état solide permet de diminuer la largeur de la zone eutectique, le nombre et la taille des précipités puis d'augmenter la valeur de la MBC. Les essais de diffusion d'une durée de 10 minutes, n'ayant pas eu d'impact significatif pour améliorer la microstructure et la valeur de la MBC, n'ont donc pas été utilisés pour effectuer d'autres analyses. Une explication à ceci est qu'une période si courte ne permet pas au phénomène de diffusion à l'état solide de se produire efficacement. La diffusion étant un phénomène qui dépend très fortement de la température et du temps et dont la cinétique est très lente, les conditions de cet essai le défavorisait grandement, car les températures étaient relativement peu élevées et les temps étaient très courts (Humpston et al., 1993).

Les essais de diffusion postbrasage d'une durée de 240 minutes ont eu un impact positif sur la microstructure et sur la valeur de MBC des joints et ce, pour les deux alliages évalués. L'espace occupé par la phase ductile γ -nickel a augmenté de l'ordre de 63 % pour l'alliage BNi-2 alors que la solution solide nickel-chrome-palladium-fer dans l'alliage CPW 475 est demeurée stable. Il en a néanmoins résulté une diminution de la phase eutectique, du nombre et de la taille des gros précipités dans les deux alliages. Il faut cependant remarquer que dans le cas de l'alliage CPW 475, la quantité de précipités fins et de forme allongée, en l'occurrence des borures de chrome et siliciures de palladium, s'est accrue. Dans ce cas, il semble que l'apparition d'un grand nombre de précipités puisse compromettre la résistance mécanique du joint et amoindrir l'amélioration initiale notée. Ceci est attribuable au fait que ces précipités subsistent même dans la région libre de structure eutectique bien qu'ils y soient moins nombreux. L'évolution de la largeur de la MBC et de la profondeur de diffusion en fonction du temps de diffusion pour les deux alliages sont présentés dans les graphiques des figures 59 et 60. Les résultats obtenus pour la MBC pour un temps de diffusion de 240 minutes sont bien en deçà des valeurs mentionnées par Lugscheider et al. (1983) pour des essais similaires effectués avec l'alliage BNi-2 et un temps de diffusion de 120 minutes. De plus, on note que la profondeur de diffusion augmente graduellement en fonction du temps de maintien pour l'alliage BNi-2 traité à 955 °C (1750 °F) alors qu'elle demeure pratiquement à la même valeur pour l'alliage CPW 475, probablement parce que la température de traitement est considérablement plus basse, soit 815 °C (1500 °F).

Le brasage prolongé est une autre méthode couramment utilisée pour améliorer la microstructure des joints brasés. Le fait de maintenir un assemblage à la température de brasage pour des périodes plus ou moins longues permet à la diffusion à l'état liquide et solide de se produire simultanément. Comme la diffusion à l'état liquide se produit beaucoup plus rapidement qu'à l'état solide, les effets sur la microstructure sont plus tangibles pour un temps et une température donnés.

Le brasage prolongé pour une période de 60 minutes a permis une amélioration très importante de la microstructure de même que de la valeur de la MBC. La largeur de la phase ductile γ -nickel pour l'alliage BNi-2 et la solution solide nickel-chrome-palladium-fer dans l'alliage CPW 475 a beaucoup augmenté, ce qui a contribué à réduire la taille de la phase eutectique de même que le nombre et la taille des gros précipités (figures 46, 47 et 48). Il semble que l'alliage BNi-2 ait bénéficié davantage de ce

traitement que le CPW 475, car pour ce dernier, la formation de précipités fins de forme allongée s'est intensifié dans la zone eutectique centrale et à l'interface métal d'apportmétal de base par rapport à l'échantillon de référence, (comparer figures 51, 52 et 53 avec figures 31, 32 et 33). Il est probable que l'apparition d'une grande quantité de précipités fins de même nature que les gros précipités présents initialement dans le joint soit reliée à la cinétique de formation de ces derniers. En effet, il est possible que la germination soit favorisée et que de gros précipités ne se forment pas. Alors que la solidification progresse et que se produit une certaine homogénéisation de la microstructure par diffusion à l'état solide, certaines régions s'enrichissent en certains éléments, ce qui cause des augmentations locales de concentration d'éléments. Ceci peut favoriser la formation de précipités épars et, selon le degré de cohérence que présente le précipité en formation avec la matrice, semi-cohérents et/ou incohérents, des précipités en forme de plaquettes et/ou d'aiguilles vont se former. La géométrie des précipités formés semble être directement liée aux énergies d'interface en cause. Une énergie élevée, comme dans le cas d'interfaces semi-cohérentes et incohérentes, amène la formation de précipités ayant des formes allongées comme celles mentionnées précédemment. On peut dire que la formation d'une multitude de petits précipités en forme d'aiguilles répartit dans toute la région eutectique de même que dans la zone d'interface au lieu de gros précipités beaucoup plus espacés ne soit pas une réelle amélioration au point de vue des propriétés mécaniques des joints. En effet, ces précipités constituent des discontinuités de taille micrométrique qui agiront comme concentrateurs de contraintes et, contribueront à l'amorçage ou la propagation rapide des fissures et pourront causer des ruptures soudaines. On note que, tout comme pour le cas de diffusion à 240 minutes, ces précipités fins demeurent présents dans la région d'interface jusque dans la région libre d'eutectique, ce qui est d'autant plus inquiétant.

Les valeurs de MBC obtenues pour les deux alliages présentés dans le graphique de la figure 61 sont du même ordre de grandeur que les résultats obtenus par Lugscheider et al. (1983) et Sakamoto et al. (1989). La profondeur de diffusion quant à elle varie d'une

manière quasi linéaire en fonction du temps de brasage, ce qui est sans surprise étant donné que la diffusion est un phénomène dépendant fortement du temps et dont la cinétique est très lente. Un temps de brasage de plus en plus long laisse donc le temps à la diffusion de se produire.

Les essais de brasage prolongé pour une période de 120 minutes ont apporté une amélioration substantielle de la microstructure lorsqu'on les compare à l'échantillon de référence, mais l'amélioration est cependant beaucoup plus modeste si on le compare au brasage prolongé de 60 minutes. En effet, la microstructure est très similaire pour l'alliage BNi-2 : les seuls changements notables sont les légères augmentations de la MBC et de la profondeur de diffusion. Le brasage pour une période de 120 minutes semble avoir été bénéfique pour l'alliage CPW 475 : le nombre de précipités fins a diminué d'une manière significative dans la région eutectique, mais demeure cependant très présent à l'interface métal d'apport-métal de base. Seulement quelques îlots épars de précipités subsistent dans la région eutectique (voir figures 56 et 57). Les valeurs de MBC et de profondeur de diffusion ont augmenté d'une manière semblable pour les deux alliages (voir figures 61 et 62). On remarque que pour l'alliage BNi-2 le double du temps de brasage n'a apporté qu'une augmentation de 30 % de la valeur de la MBC entre le brasage 60 et 120 minutes, comparativement à une augmentation de 207 % entre le brasage de 10 et 60 minutes. L'augmentation de la MBC pour l'alliage CPW 475 pour les mêmes conditions a été respectivement de 16 % et 82 %.

Des profils de microdureté effectués à travers les joints brasés dans les régions centrales comprenant des structures eutectiques et des précipités de même que dans les parties libres d'eutectique ont permis, dans un premier temps, d'évaluer la dureté des structures et indirectement la limite élastique des joints. L'ensemble des courbes de microdureté obtenues ont sensiblement la même allure pour les deux alliages analysés, soit une légère augmentation de la dureté dans la zone de diffusion par rapport au métal de base et de grandes fluctuations de dureté dans le joint brasé en fonction des microstructures présentes. En effet, la dureté du joint là où il y a présence de structures eutectiques et de précipités passe par les valeurs minimales et maximales enregistrées lors des essais. Ces résultats ont de plus été d'une aide précieuse pour l'identification des différentes phases observées. Les phases constituées par des solutions solides de nickel affichent les duretés minimales, soit aux environs de 300 HV; les structures eutectiques oscillent aux alentours de 1200 HV alors que les précipités se retrouvent au haut de la liste avec des duretés pouvant atteindre près de 4000 HV. On comprend mieux à l'examen de ces résultats l'importance de travailler à prévenir la formation des structures eutectiques et précipités dans les joints brasés afin de limiter le plus possible la présence de phases extrêmement dures et fragilisantes. À l'opposé, la région correspondant à la MBC, portion de joint formé de phases constituées de solutions solides, affiche des valeurs de dureté constantes et uniformes aux environs de 300 HV conférant au joint une plus grande ductilité et des propriétés mécaniques supérieures aux régions possédant des microstructures mixtes, formées de solution solides, phases eutectiques et précipités.

L'optimisation des méthodes de préparation de surface et des recettes de brasage a permis d'obtenir des valeurs de MBC élevées en plus de solutionner un certain nombre de problèmes concrets de brasage de pièces de production chez PWC. Ceci a été rendu possible par la mise en application des différents concepts développés lors des essais effectués dans le cadre de cette étude. L'application d'un revêtement de nickel électrolytique d'une épaisseur correspondant aux valeurs recommandées et l'utilisation d'une pression partielle d'argon d'au moins 800 microns durant tout le cycle de brasage sous vide a permis de pouvoir braser adéquatement et d'une manière répétitive des assemblages d'inconel 718 difficiles à braser ayant un pourcentage d'aluminium et de titane combiné d'environ 2 %. Les mêmes principes appliqués au traitement thermique de l'inconel 718 ont considérablement minimisé les problèmes d'oxydation des pièces. Des projets sont en cours pour introduire le concept de brasage prolongé (MBC) pour certaines applications où le remplissage et la ductilité des joints brasés pose des problèmes.

Le remplissage complet des joints brasés constitue un problème courant en brasage surtout lorsqu'il s'agit de joints longs tels ceux qui étaient le sujet de cette étude. Les résultats obtenus ont démontré qu'un joint en forme de « V » correspondant à l'assemblage utilisé pour effectuer les essais de cette étude offrait certains avantages du point de vue de l'écoulement de la brasure et du remplissage des joints. En effet, au fur et à mesure qu'on s'éloigne de l'ouverture du joint, l'espacement diminue ce qui accroît la pression ou la force de capillarité tirant le métal d'apport en fusion avec de plus en plus de force, permettant ainsi de remplir plus facilement les joints longs. De plus, ce type d'assemblage offre des avantages certains lorsqu'il s'agit de fabriquer des joints à partir de métal en feuilles, car il est plus facile de procéder à l'ajustement de ces derniers lorsqu'une portion seulement de la surface des membrures doit être formée pour entrer en contact intime et fermer le joint.

L'évaluation qualitative des joints brasés produits durant l'étude a démontré que de manière générale les joints longs brasés avec l'alliage de brasage CPW 475 comptaient plus de défauts de brasage tels des porosité, manques de brasure et remplissages incomplets que l'alliage BNi-2. On peut supposer que, même après avoir augmenté la température de brasage de l'alliage CPW 475 de 28 °C (50 °F) au-dessus de la température conventionnelle de brasage, ce dernier demeure toujours un peu moins fluide que le BNi-2 et est plus susceptible de former des défauts internes dans la brasure. De manière générale, les alliages eutectiques et quasi eutectiques qui n'ont pas d'intervalle de fusion ou ont des intervalles de fusion très étroits (28 °C), tel le BNi-2, sont beaucoup plus fluides que ceux qui possèdent des intervalles de fusion très larges, comme le CPW 475 avec (134 °C), car son intervalle de composition est beaucoup plus En effet, lorsqu'on s'approche des conditions limites où la solidification grand. commence à se produire dans la brasure, il y a plus de risques qu'un alliage moins fluide commence à se solidifier localement en laissant des vides et porosités et quelques fois des manques de brasage. Dans ces cas, la capillarité peut ne pas être assez forte pour assurer l'écoulement dans tout le joint.

CONCLUSION

Le développement de procédures de brasage de l'inconel 718 et l'examen de la microstructure des joints produits avec les alliages BNi-2 et CPW 475 sur ce même substrat, suivis de l'examen de l'évolution des microduretés, ont permis la formulation des conclusions qui suivent :

- La préparation de surface des pièces est cruciale pour l'obtention d'une bonne mouillabilité et un étalement adéquat de la brasure sur les surfaces à braser;
- Un grenaillage à l'aide de grenailles à base de nickel est nécessaire pour enlever les oxydes, accroître la rugosité de surface et assurer la mouillabilité et l'étalement de la brasure;
- La préparation des pièces avant brasage avec des produits de grenaillage à base d'oxydes, tels l'oxyde d'aluminium et le carbure de silicium, nuit grandement au mouillage et à l'écoulement du métal d'apport. Sous de telles conditions, l'angle de mouillage est très élevé, il varie entre 36 et 87 degrés;
- L'application d'un placage de nickel électrolytique ayant environ 5 μ m (0,0002 po.) d'épaisseur est essentielle pour prévenir l'oxydation des pièces durant le cycle de brasage et accroître la mouillabilité et l'écoulement du métal d'apport, particulièrement pour les joints longs ayant environ 4 mm (0,160 po.) et plus de longueur;
- Le brasage sous vide avec pression partielle d'argon d'au moins 800 microns permet d'améliorer l'écoulement de la brasure tout en minimisant les risques d'oxydation des pièces résultant de la présence de contaminants et de légères fuites dans la fournaise.
- La température de brasage de l'alliage CPW 475 a dû être augmentée d'environ 28 °C (50 °F) par rapport à la température conventionnelle de brasage afin d'obtenir un bon écoulement du métal d'apport sur toute la longueur du joint. Ceci a permis d'augmenter la fluidité de l'alliage pour pouvoir braser des joints longs;
- Lorsque les surfaces à braser sont préparées de manière adéquate et que le brasage est effectué dans les meilleures conditions, l'angle de mouillage se situe à environ 10 degrés;
- La mise en application des différents concepts développés lors des essais de cette étude a permis d'élaborer une méthode de brasage robuste pour l'inconel 718;
- La microstructure des alliages de brasage étant fort complexe, de nombreuses phases et précipités ont été identifiés;
- La zone de diffusion du métal de base est fragilisée par la formation de borures, situées surtout aux joints de grains, résultant de la diffusion de bore provenant du métal d'apport. Cette condition est commune aux deux alliages utilisés;
- La région centrale des joints, suite à un brasage conventionnel de 10 minutes, est presque totalement occupée par une phase eutectique parsemée de précipités. Ceci vaut pour les deux alliages étudiés même si la nature et la forme des précipités diffèrent grandement entre le BNi-2 et le CPW 475;
- L'amalgame de microstructures et de précipités présents dans la région eutectique fragilise les joints brasés étant donné le manque d'homogénéité et la grande dureté locale des structures;

- On compte généralement un plus grand nombre de précipités bordant la zone eutectique dans les joints brasés avec l'alliage BNi-2 après un brasage conventionnel de 10 minutes que pour l'alliage CPW 475 dans les mêmes conditions;
- La MBC, valeur qui correspond à l'écartement maximal du joint libre de structures eutectiques, est deux fois plus élevée après un brasage conventionnel de 10 minutes pour l'alliage CPW 475 avec environ 44 μm (0,0017 po.) contre 22 μm (0,00086 po.) pour le BNi-2;
- La dureté des joints brasés varie énormément en fonction des microstructures examinées. La dureté des phases sous forme de solutions solides varie entre 300 et 420 HV, alors que les phases eutectiques composées de borures de nickel et de siliciures de nickel et de palladium oscillent entre 1200 et 1450 HV. Les précipités, des borures de chrome pour la plupart, atteignent des valeurs très élevées entre 2100 et 3000 HV;

Évolution de la MBC en fonction des traitements thermiques postbrasage et du brasage prolongé.

- Pour éviter la refonte même partielle des joints, les températures de diffusion doivent être égales ou légèrement inférieures à la température de solidus de l'alliage de brasage;
- Deux méthodes sont utilisées pour améliorer la microstructure des joints brasés : les traitements thermiques de diffusion et le brasage prolongé. Elles permettent d'augmenter la MBC et de modifier les microstructures au sein du joint;

- Les résultats obtenus suite aux traitements de diffusion montrent que ces derniers requièrent de trop longues durées ou des températures trop élevées pour être intéressants d'un point de vue industriel;
- Un minimum de 4 heures de traitement de diffusion a été nécessaire afin d'obtenir une augmentation significative, bien que modeste, de la valeur de la MBC. Pour les essais effectués, elle a atteint environ 54 μm (0,002 po.) pour chacun des alliages;
- Le brasage prolongé a permis d'obtenir des augmentations très substantielles de 207 % et 82 % de la MBC après seulement 60 minutes de traitement, soit 68 et 81 μm (0,0026 et 0,0032 po.) respectivement pour les alliages BNi-2 et CPW 475. À ce moment, les valeurs de MBC sont déjà supérieures à celles du traitement par diffusion de 25 % et 49 % respectivement pour les alliages BNi-2 et CPW 475;
- Un brasage prolongé de 120 minutes a procuré des augmentations encore plus grandes de la MBC, soit 294 % et 112 % respectivement pour le BNi-2 et le CPW 475, leurs valeurs atteignant 88 et 94 μ m (0,0034 et 0,0037 po.). On remarque que le double du temps de brasage apporte des augmentations supplémentaires de la MBC de seulement 30 % pour le BNi-2 et 16 % pour le CPW 475;
- L'évolution de la MBC en fonction du temps de brasage laisse prévoir un certain plafonnement des valeurs pour des temps de brasage supérieurs à 120 minutes. Il y aurait donc peu d'intérêt à excéder cette durée de brasage;

Évolution de la microstructure en fonction des traitements thermiques postbrasage et du brasage prolongé.

- Bien que la région centrale des joints brasés avec l'alliage CPW 475 se libère de structures eutectiques au niveau de la MBC, la zone d'interface métal d'apportmétal de base demeure remplie de petits précipités fins en forme d'aiguilles. La dureté de cette région est supérieure d'environ 200 HV à la solution solide qui forme la matrice du joint. Cette condition aura certainement un impact négatif sur les propriétés mécaniques du joint brasé;
- La profondeur de la zone de diffusion croît d'une manière presque linéaire en fonction de la durée de brasage;
- La croissance de la profondeur de la zone de diffusion varie différemment pour les deux alliages en fonction du temps de diffusion. Cette valeur a augmenté très peu pour l'alliage CPW 475 étant donné la température de traitement relativement basse utilisée (815 °C) contrairement à l'alliage BNi-2 qui a été traité à 955 °C;
- En général après le brasage, on retrouve plus de défauts internes (porosités, manques de brasure et remplissage incomplet) dans les joints brasés avec l'alliage CPW 475. Cette condition est probablement attribuable à la moins grande fluidité de ce métal d'apport dans la gamme de températures de brasage recommandées;

- Il a été plus facile d'obtenir un remplissage complet de joints brasés longs avec l'alliage BNi-2 grâce à sa grande fluidité, ce dernier étant un alliage quasi eutectique, ce qui augmente l'écoulement de la brasure dans le joint. Conséquemment, les joints brasés avec l'alliage BNi-2 affichaient en général un meilleur remplissage avec moins de défauts internes de brasage (porosités et manques de brasure);
- Les traitements thermiques de diffusion et le brasage prolongé n'ont pas eu d'effets sur la dureté des structures eutectiques et des précipités présents dans les joints brasés. Aucun adoucissement significatif de ces phases n'a été noté pour l'un ou l'autre des alliages de brasage utilisés;
- Les différentes phases qui se forment dans les joints brasés sont très complexes et requièrent l'utilisation de méthodes d'évaluation sophistiquées tel le MEB afin de pouvoir les identifier avec une certaine précision;
- L'utilisation de joints en forme de « V » constitue une méthode simple et efficace permettant de reproduire et caractériser toutes les microstructures possibles d'un joint brasé en fonction d'un écartement variable;
- Les résultats de cette étude tracent la voie au développement futur de joints brasés structuraux requérant une grande intégrité et des propriétés mécaniques élevées.

RECOMMANDATIONS

Les recommandations formulées découlent des résultats obtenus après de nombreux essais effectués pour parvenir à braser correctement et de manière répétitive les assemblages et suite à l'examen de la microstructure et essais de microdureté des joints brasés produits en utilisant les alliages BNi-2 et CPW 475 sur l'inconel 718 comme métal de base.

- Les surfaces à braser d'inconel 718 impliquant des joints longs requérant un bon écoulement de la brasure devraient toujours recevoir une préparation de surface comprenant les étapes suivantes :
 - Un grenaillage effectué uniquement avec des grenailles à base de nickel en utilisant une pression de jet suffisamment élevée pour produire une rugosité de surface adéquate, soit entre 0,8 et 3,2 μ m (31 et 125 μ po.);
 - L'application d'une couche de nickel par placage électrolytique possédant une épaisseur minimale d'environ 5 μ m (0,0002 po.).
- Le brasage devrait être effectué dans une fournaise sous vide avec une pression partielle d'argon d'au moins 800 microns durant tout le cycle afin d'éviter l'oxydation des pièces et assurer un bon écoulement du métal d'apport dans le joint;
- Une température de 1024 ^oC (1875 ^oF) devrait être utilisée lorsque des joints longs sont brasés avec l'alliage CPW 475 afin d'obtenir un bon écoulement du métal d'apport;

- 4. Le brasage prolongé devrait être utilisé pour la production de joints libres de structures eutectiques fragiles et précipités en considérant les critères suivants :
 - Un brasage conventionnel de 10 minutes procure un joint avec un écartement (MBC) d'environ 20 et 40 μ m (0,0008 et 0,0016 po.) respectivement pour les alliages BNi-2 et CPW 475;
 - Un brasage prolongé de 60 minutes procure un joint avec un écartement (MBC) allant jusqu'à environ 65 et 80 μm (0,0025 et 0,0031 po.) respectivement pour les alliages BNi-2 et CPW 475;
 - Un brasage prolongé de 120 minutes procure un joint avec un écartement (MBC) allant jusqu'à environ 85 et 95 μm (0,0033 et 0,0037 po.) respectivement pour les alliages BNi-2 et CPW 475.
- 5. Le traitement de diffusion peut être considéré pour améliorer la microstructure des joints brasés d'une manière pratique s'il peut faire partie des traitements thermiques conventionnels requis par le matériau utilisé;
- L'utilisation d'assemblages en forme de « V » devrait être incluse dans les critères de design pour les joints de pièces fabriquées à partir de métal en feuilles, car il procure un ajustement plus facile et assure un meilleur remplissage des joints brasés;
- Il serait opportun d'effectuer une étude pour évaluer les propriétés mécaniques des joints brasés libres de structures eutectiques produits en utilisant les deux alliages de brasage (BNi-2 et CPW 475) mentionnés dans la présente étude avec l'inconel 718 comme métal de base;

- Une étude devrait également être effectuée pour évaluer de manière plus précise l'interaction des différents paramètres affectant la mouillabilité, l'étalement ainsi que l'écoulement du métal d'apport dans les joints brasés pour d'autres matériaux de base;
- 9. Il serait aussi intéressant d'effectuer une étude pour déterminer l'impact de l'épaisseur du nickelage sur la composition chimique de la phase eutectique et des précipités dans les joints brasés produits avec les alliages de brasage BNi-2 et CPW 475 et l'inconel 718 comme métal de base.

Fonctionnement d'une fournaise sous vide

Une fournaise sous vide consiste en une enceinte sous vide à double paroi refroidie à l'eau. Il en résulte que l'extérieur de la fournaise est maintenu à la température ambiante et que son fonctionnement n'est donc pas limité par la partie sous pression de l'appareil. Ceci permet des températures de service élevées pouvant atteindre 2200 $^{\circ}$ C (4000 $^{\circ}$ F). Le type de fournaise le plus répandu est le modèle à parois froides. La partie interne qui comprend la section chaude est contenue dans l'enceinte sous vide et agit comme isolant pour la partie sous pression. Les éléments chauffants ainsi que la zone isolante métallique réfléchissent la lumière et la chaleur vers l'intérieur ce qui augmente l'efficacité et réduit l'inertie thermique. Ceci permet un refroidissement plus rapide et rend l'appareil moins susceptible à absorber l'humidité et les gaz contaminants. Un système de pompage à quatre stages permet d'atteindre des vides poussés de l'ordre de 10^{-3} à 10^{-6} Torr (Schwartz, 2003; Fabian, 1993). La figure 67 illustre le schéma d'une fournaise type avec ses composantes.



Figure 67 Schéma représentant une fournaise sous vide à parois froides incluant ses composantes (Adapté de Schwartz, 2003)

Il convient à ce moment d'apporter quelques précisions sur le vide et la terminologie utilisée pour le brasage dans les fours à vide. Le vide est souvent défini comme étant un espace complètement exempt de toute matière ou éléments (l'oxygène par exemple) pouvant réagir chimiquement avec les pièces. Il faut cependant demeurer conscient que peu importe le niveau de vide maintenu, ce dernier n'est jamais parfait et il existe toujours une certaine quantité de gaz dissout qui interagissent avec les pièces. La mesure la plus communément utilisée pour exprimer la pression de vide dans les fournaises sous vide est le Torr et le micron. Les relations suivantes aident à se situer un peu : 1 atmosphère = 760 Torr (mm Hg) = 1000 mbar = 7.6 x 10⁵ microns (μ m Hg); 1 Torr = 1 mm Hg = 1000 microns (μ m Hg) (Schwartz, 2003; Brazing Handbook, 1991). Le tableau II montre la relation entre les différentes appellations des niveaux de vide et la pression en Torr.

Tableau II

Condition	Gamme de pression
Faible vide	760 à 25 Torr
Vide moyen	25 à 1.0 Torr
Excellent vide	1.0 à 1 x 10 ⁻³ Torr
Vide poussé	1 x 10 ⁻³ Torr à 1 x 10 ⁻⁶ Torr
Vide très poussé	1 x 10 ⁻⁶ Torr à 1 x 10 ⁻⁹ Torr
Vide ultra poussé	1 x 10 ⁻⁹ Torr et moins

Relation entre le niveau de vide et la pression appliquée

Le brasage sous vide est particulièrement bien adapté pour le brasage de matériaux tels les superalliages de nickel, les matériaux réfractaires, céramiques et matériaux réactifs. Ce mode de brasage possède plusieurs avantages et fonctionnalités uniques permettant de :

• Minimiser les distorsions dans les pièces via des cycles thermiques de chauffe et refroidissement plus uniformes;

- Assurer un bon remplissage des joints brasés, l'espace étant bien purgé;
- Ne pas avoir à utiliser de flux pour le brasage;
- Minimiser la propension à la formation de porosités résultant de la présence de gaz résiduels;
- Permettre d'effectuer le brasage et les traitements thermiques conjointement;
- Procurer des joints brasés de grande qualité à bas coût (Schwartz, 2003; Roberts, 2004; Brazing Handbook, 1991).

Exemple de recette type utilisée pour le brasage sous pression partielle d'argon de l'alliage BNi-2

*************** ****************** Pratt & Whitney Canada * * Heat Treat Process Control System * * Recipe Report * * Tue Jul 19 18:51:17 2005 * ***** Recipe No: BRAZE-ARG-AMS4777-1925-60 Notes: Op. No: Batch No: Parent Dept: Badge Id: Part No: Part Qty: Facility: 0 VAC Load TCS: 3 Cycle Start: 05-20-05 07:39:08 Cycle Finish: 03-21-80 22:54:16 Total Cycle Time: -220568:15:08 00 LEVEL max. 0.5000 MIC 01 LEAK TEST for 15 mins. max. of 30 Mics/hr. 02 PARTIAL PRESSURE ARGON at 800 Mics above 100 deg.F 03 RAMP at 30.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min 04 SOAK at 1200 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:15 hh:mm 05 RAMP at 30.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min 06 SOAK at 1200 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min 05 RAMP at 30.0 deg.F/min $\frac{1}{-15.0}$ deg.F/min 06 SOAK at 1700 deg.F $\frac{1}{-25/25}$ deg.F for 00:10 hh:mm 07 RAMP at 30.0 deg.F/min $\frac{1}{-15.0}$ deg.F/min 08 SOAK at 1925 deg.F $\frac{1}{-25/25}$ deg.F for 01:00 hh:mm 09 STATIC COOL ARGON to 1000 deg.F 10 FORCED COOL ARGON to 150 deg.F 11 End Of Recipe

Recette de brasage type originale utilisée pour le brasage sous vide poussé de l'alliage BNi-2

** ********** ************************ ************** * * Pratt & Whitney Canada Heat Treat Process Control System * * Recipe Report + * Sun Sep 25 10:19:36 2005 * * Recipe No: BRAZE DIFFUSION AMS4777-1 Notes: NiFlex & MetGlass Op. No: Batch No: Parent Dept: Badge Id: Part No: Part Qty: Facility: 0 VAC Load TCS: 3 Cycle Start: 10-04-02 13:57:01 Cycle Finish: 03-21-80 22:54:16 Total Cycle Time: -197559:57:15 00 LEVEL max. 0.5000 MIC 01 RAMP at 30.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min 02 SOAK at 1200 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:15 hh:mm 03 RAMP at 30.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min 04 SOAK at 1700 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:10 hh:mm 05 RAMP at 30.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min 06 SOAK at 1925 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:15 hh:mm 07 VACUUM COOL to 800 deg.F 08 FORCED COOL NITROGEN to 150 deg.F 09 End Of Recipe 09 End Of Recipe

Recette type utilisée pour le brasage sous pression partielle d'argon de l'alliage CPW 475

* Pratt & Whitney Canada * Heat Treat Process Control System * Recipe Report * Sun Sep 25 10:07:08 2005 Recipe No: BRAZE-ARG-CPW475-1875-10 Notes: Op. No: Batch No: Parent Dept: Badge Id: Part No: Part Qty: 0 Facility: VAC 3 Load TCS: Cycle Start: 08-09-05 11:33:39 Cycle Finish: 03-21-80 22:54:16 Total Cycle Time: -222516:20:37 00 LEVEL max. 0.5000 MIC 01 LEAK TEST for 15 mins. max. of 30 Mics/hr. 02 PARTIAL PRESSURE ARGON at 800 Mics above 100 deg.F 03 RAMP at 30.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min 04 SOAK at 1200 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:15 hh:mm 05 RAMP at 30.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min 06 SOAK at 1500 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:10 hh:mm 07 RAMP at 30.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min 08 SOAK at 1875 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:10 hh:mm 09 STATIC COOL ARGON to 1000 deg.F 10 FORCED COOL ARGON to 150 deg.F 10 FORCED COOL ARGON to 150 deg.F 11 End Of Recipe

145

Tableaux des analyses de composition chimique obtenues pour les deux alliages de brasage utilisés qui correspondent aux différentes conditions évaluées dans le cadre de cette étude

Tableau III

Analyses chimiques, Inconel 718 brasé avec l'alliage BNi-2, condition « telle que brasée »

	Sol.	Sol.	Eutc.	Eutc.	Eutc.	Eutc.	Préc.	Sol.	Zone	Diff	Diff	Diff	Diff	Diff	Diff	Métal
	v	y pâle	unie	(gén.)	haut	matr.	(Cr)	y	Inter I.	transg.	transg.	blanc	ti ansg.	foncé	meerg	Dase
At	1	1a	2	3	4	4 a	5	6	7	8	9	9a	10	10a	10b	11
%																
Al	0,31		0,41	0,26	0,15		0,16		0,45	1,05	0,85	0,54	0,65	0,59	1,04	0,80
Si	8,21	10,11	1,07	8,93	11,97	1,02	0,95	6,53	4,36	1,99	0,86	0,45	0,65	0,60	0,82	0,47
Ti		0,21	0,22	0,47		0,34	0,18	0,23	0,29	0,82	0,95	11,75	1,24	31,58	1,23	1,24
Cr	8,03	6,06	6,08	5,16	4,67	5,93	83,84	9,83	10,88	15,19	18,72	4,44	19,92	13,42	22,25	20,28
Mn		0,21			0,14		0,37		****			0,15	0,37	0,12		
Fe	6,38	5,18	3,93	3,48	3,63	3,88	2,02	6,74	11,12	15,32	17,92	3,71	16,96	10,49	16,28	17,86
Со		0,19						0,25	****	0,21			0,24	0,62	0,21	0,13
Ni	76,58	77,22	87,61	80,70	78,78	88,51	10,05	75,73	72,11	61,87	57,15	13,68	55,48	32,03	47,63	54,15
Cu	0,15	0,48	0,16			0,15	0,29	0,29		0,33		0,37		0,23	0,33	0,17
Nb	0,23	0,29	0,37	1,36	0,49	0,23	0,17	0,17	0,59	1,94	1,89	63,58	2,76	7,44	5,28	2,91
Mo		0,11	0,23		0,13	0,04	2,06	0,17	0,50	1,44	1,69	1,57	1,62	2,86	4,89	1,91

Note : Le bore et le carbone ne sont pas détectables par l'analyse EDS utilisée dans cette étude.

Tableau IV

	•		-				-				•		
	Eutc. binr.	Sol. solide pâle	Sol. solide	Préc. noirs (Cr)	Phase blanc. (Pd)	Préc. fins noirs	Sol. solide	Zone interf.	Interf. préc. foncés	Diff. préc. interg.	Diff. transg.	Diff. transg.	Métal base
At	1	2	3	4	4a	5	6	7	7a	8	9	10	11
%													
Al	0,14	0,32	0,18	0,43	0,33	0,35	0,55	0,36	0,59	0,44	1,00	0,54	0,80
Si	0,90	2,25	1,20	0,85	20,25	0,47	1,21	0,72	1,18	0,48	0,60	0,10	0,47
Ti	0,15	0,38	0,20	0,11		0,30	0,29	0,16	0,17	1,29	1,35	1,91	1,24
Cr	5,66	11,88	16,06	80,31	4,11	67,30	16,16	35,33	37,88	29,58	28,43	19,46	20,28
Mn				0,39					0,67		0,63	0,21	
Fe	1,96	4,33	4,85	2,58	1,87	2,79	4,65	8,25	5,50	13,54	14,37	16,67	17,86
Co	0,31		0,15				0,29		0,11				0,13
Ni	84,16	59,41	56,75	9,08	17,05	18,91	57,59	41,93	38,16	42,07	40,63	49,47	54,15
Cu	1,11	0,26			0,19		0,15		0,44	0,35	0,26	0,38	0,17
Nb	0,20	0,84	0,44	0,53		0,54	0,47	1,28	1,03	7,60	8,06	9,40	2,91
Mo	*****	0,33	0,37	4,31		1,90	0,34	4,97	2,54	3,70	4,52	1,62	1,91
Pd	5,39	19,96	19,90	1,33	56,25	7,81	18,38	6,98	11,72	0,89	0,36	0,21	

Analyses chimiques, Inconel 718 brasé avec l'alliage CPW 475, condition « telle que brasée »

Note : le bore et le carbone ne sont pas détectables par l'analyse EDS utilisée dans cette étude.

Tableau V

Zone Sol. Eutc. Eutc. Eutc. Eutc. Préc. Sol. Diff. Diff. Diff. Diff. Métal solide solide tern. noir interg. binr. tern. tern. interf. transg. transg. préc. base unie (gén.) haut matr. (Cr) γ blanc 6 At 1 2 3 4 5 7 8 9 10 10b 11 **4a** % Al 0,33 0,38 0,46 0,41 0,33 0,33 0,54 0,84 0,55 1,03 1,05 0,26 0,80 Si 9,62 17,52 9,37 0,62 8,84 5,45 1,14 1,76 0,86 0,75 0,75 0,34 0,47 Ti 0,14 0,13 1,26 0,12 0,16 0,36 1,59 1,21 1,09 14,11 1,24 ____ -----Cr 5,85 4,98 6,77 6,42 5,48 81,93 6,11 10,24 29,12 18,36 20,56 4,64 20,28 Mn 0,24 0,13 0,13 ----____ -----------------------------------Fe 10,28 13,44 18,06 17,86 4,76 3,74 1,98 5,58 4,35 2,77 5,07 3,64 17,86 Со 0,21 0,11 0,19 0,13 ---------____ ---------•• •• •• •• •• ----~~~~ Ni 78,29 88,56 72,96 77,08 82,88 10,45 78,62 71,25 39,23 54,54 53,37 11,37 54,15 Cu 0,33 0,32 0,25 0,32 0,11 0,27 0,55 0,26 0,19 0,48 0,32 0,17 ----Nb 0,40 0,33 0,23 0,21 2,90 0,27 0,28 0,63 10,03 3,73 2,88 2,91 64,10 **Mo** 0,19 0,11 0,25 0,17 0,44 3.34 0,29 0,40 4,94 1,95 1,97 1,06 1,91

Analyses chimiques, Inconel 718 brasé avec l'alliage BNi-2, condition « diffusion 240 minutes »

Note : Le bore et le carbone ne sont pas détectables par l'analyse EDS utilisée dans cette étude.

Tableau VI

	Eutc. binr.	Sol. solide	Phase blanc. (Pd)	Préc. fins noirs	Sol. solide	Zone interf.	Interf. préc. foncés	Interf. préc. pâles	Diff. préc. interg.	Diff. interg.	Diff. transg.	Métal base
At	1	3	4 a	5	6	7	7a	7b	8	9	10	11
%												
Al	0,66	0,46	0,22	0,17	0,55	0,67	0,45	2,81	1,09	1,50	1,25	0,96
Si	0,55	1,81	20,24	0,50	1,42	0,64	0,81	0,75	0,89	0,65	0,41	0,35
Ti		0,31		0,16	0,34	0,78	0,50	1,22	7,32	1,29	1,06	1,07
Cr	6,10	12,16	3,55	78,56	13,34	30,27	35,38	10,94	7,11	20,15	20,80	20,89
Mn					0,27		0,27	0,37				0,26
Fe	1,88	4,76	1,11	1,81	5,08	11,27	8,44	7,86	4,68	17,07	16,67	16,71
Co	0,19				****	0,12			0,12			0,30
Ni	86,00	56,61	12,70	12,27	56,63	42,50	40,04	50,46	22,75	52,82	53,42	54,06
Cu	0,39	0,37	0,35		0,56	0,15	0,22	0,50	0,69	0,15		
Nb	0,40	1,12		0,32	0,71	5,63	0,95	1,93	51,53	3,79	3,00	3,20
Mo	0,11	0,23		1,82	0,46	3,40	5,28	0,51	1,22	2,10	2,04	2,04
Pd	4.21	22.36	62,65	4.42	20,63	4,78	7,74	22,59	2,77	0,48	1,26	

Analyses chimiques, Inconel 718 brasé avec l'alliage CPW 475, condition « diffusion 240 minutes »

Note : le bore et le carbone ne sont pas détectables par l'analyse EDS utilisée dans cette étude.

Tableau VII

Analyses chimiques, Inconel 718 brasé avec l'alliage BNi-2, condition « brasage 60 minutes »

	Sol. solide Y	Eutc. binr. unie	Eute. binr. (Nb)	Eutc. tern. (gén.)	Eutc. tern. haut	Eutc. tern. matr.	Préc. noir (Cr)	Sol. solide Y	Zone interf.	Interf. Préc. noir	Diff transg.	Diff transg.	Diff préc. blanc	Diff transg.	Diff préc. blanc	Métal base
At	1	2	2a	3	4	4a	5	6	7	7a	8	9	9a	10	10a	11
%													ļ			
AI	0,20	0.24	0,50	0,34		0,30		0,46	0,43	0,40	1,02	0,84	0,50	0,79	0,72	0,90
Si	9,20	1.05	1,70	5,03	19,83	6,85	0,79	6,64	3,61	31,73	1,72	0,62	0,59	0,49	0,41	0,63
Ti		0.12	0,98		0,19		0,10	0,28	0,56	0,29	0,98	1,04	1,55	0,95	6,23	1,18
Cr	7,67	6.65	7,34	5,04	3,02	4,53	78,36	9,67	11,63	8,98	15,76	16,99	31,33	20,55	9,51	20,23
Mn				0,13			0,10			*****			0,22		0,15	0,18
Fe	4,66	3.09	3,41	2,70	1,78	2,58	2,44	5,81	12,04	8,65	16,21	18,73	12,60	17,58	11,49	17,45
Co	***					0,20		0,17						0,33	*****	0,17
Ni	77,43	88.23	82,63	85,73	74,82	84,73	12,86	75,93	70,38	48,69	59,72	59,41	35,43	54,47	37,31	54,23
Cu	0,32	0.38	0,13	0,39		0,26		0,27				0,51		0,19	0,19	0,18
Nb	0,33	0.11	2,90	0,29	0,26	0,35	0,25	0,48	0,90	0,70	2,86	1,11	11,93	2,69	32,61	3,13
Mo	0,18	0.16	0,35	0,25		0,17	5,01	0,27	0,47	0,50	1,62	0,69	5,90	1,88	1,37	1,70

Note : Le bore et le carbone ne sont pas détectables par l'analyse EDS utilisée dans cette étude.

Tableau VIII

Analyses chimiques, Inconel 718 brasé avec l'alliage CPW 475, condition « brasage 60 minutes »

	Eutc. binr.	Sol. solide	Sol. solide	Phase blanc.	Préc. fins	Sol. solide	Zone interf.	Interf. préc.	Diff. préc.	Diff. transg.	Diff. transg.	Diff. préc.	Diff. préc.	Métal base
		pâle		(Pd)	noirs			foncés	interg.			blanc	foncé	
At	1	2	3	4a	5	6	7	7a	8	9	10	10a	10b	11
%														
Al	0,15	0,69	0,52	2,38	0,50	0,58	0,50	0,29	1,18	1,06	0,96	0,21	0,55	1,03
Si	0,76	2,37	1,26	23,06	1,63	1,22	0,56	0,53	0,58	0,55	0,72	0,19	0,14	0,49
Ti	0,12	0,52	0,27	0,17	0,33	0,20	0,64	0,47	0,82	1,03	1,02	9,64	42,96	1,21
Cr	5,96	11,55	13,84	4,30	42,47	15,09	15,71	45,76	14,52	16,49	20,06	5,47	13,85	20,88
Mn				0,17	0,19	0,13	0,18	0,15	0,18	0,21			0,22	0,22
Fe	1,95	4,16	4,63	1,78	2,94	5,06	12,44	8,44	18,46	18,96	14,51	3,29	8,41	16,96
Co		0,13	0,10				0,17		0,25					0,20
Ni	85,38	50,74	58,95	12,69	30,97	57,73	58,89	31,74	61,59	59,30	54,42	11,47	24,91	53,35
Cu	0,22	0,30	0,35	0,19	0,18	0,26	0,42	0,32	0,24	0,26	0,13	*****	0,19	0,27
Nb	0,27	1,38	0,72	0,22	0,82	0,74	1,94	0,73	0,95	1,05	2,55	68,19	6,69	2,93
Mo	0,14	0,36	0,44	0,27	1,75	0,35	1,16	7,45	0,68	0,63	1,74	1,13	1,68	1,90
Pd	5,10	27,77	19,08	54,99	18,19	18,68	7,41	4,27	0,55	0,43	3,83	0,77	0,31	

Note : le bore et le carbone ne sont pas détectables par l'analyse EDS utilisée dans cette étude.

Tableau IX

Analyses chimiques, Inconel 718 brasé avec l'alliage BNi-2, condition « brasage 120 minutes »

	Sol. solide	Sol. solide	Eutc. binr.	Eutc. binr.	Eutc. tern.	Eutc. tern.	Eutc. tern.	Préc. noir	Sol. solide	Zone interf.	Diff. transg.	Diff. interg.	Diff. transg.	Métal base
	γ	γ pâle	unie	(Nb)	(gén.)	haut	matr.	(Cr)	7					
At	1	1a	2	2a	3	4	4a	5	6	7	8	9	10	11
%														
Al	0,19	0,32	0.48	0,35	0,16	0,11	0,49	0,16	0,52	0,61	0,65	0,82	1,19	1,29
Si	9,73	10,67	1.03	3,35	19,45	22,02	1,49	0,89	6,95	3,75	0,88	0,43	0,61	0,71
Ti		0,13	0.21	0,61		0,16	0,20	0,14		0,44	0,70	1,99	1,03	1,17
Cr	7,97	6,78	4.99	8,01	2,70	2,18	7,13	79,25	9,92	11,39	30,90	22,92	20,73	20,42
Mn	0,15								0,11	0,19		0,33	0,13	0,27
Fe	4,41	4,27	3.16	4,44	1,69	1,56	3,05	2,67	5,89	11,84	16,11	15,73	17,20	17,31
Co				0,11								0,30		
Ni	76,58	77,59	89.31	80,90	75,66	73,37	86,81	13,16	75,63	70,70	46,71	49,10	53,85	53,65
Cu	0,44	0,17	0.44	0,39		0,11	0,25	0,10	0,30		0,16		0,25	0,35
Nb	0,31	0,16	0.30	1,54		0,30	0,28	0,11	0,37	0,74	1,59	4,82	2,82	2,90
Mo	0,28	0,11	0.19	0,31	0,21	0,17	0,29	3,88	0,23	0,44	2,28	3,60	2,14	1,94

Note : Le bore et le carbone ne sont pas détectables par l'analyse EDS utilisée dans cette étude.

Tableau X

Sol. Sol. Phase Préc. Sol. Zone Interf. Diff. Diff. Diff. Diff. Diff. Métal Préc. Eutc. solide blanc. fins solide préc. préc. solide noirs interf. préc. préc. binr. transg. transg. base (**C**r) pâle (Pd) foncés interg. blanc foncé noirs 2 3 4 5 6 7 7a 8 9 10 1 **4a 10a** 10b 11 At % Al 0,30 0,55 0,40 0,18 2,67 0,43 0,20 0,77 0,33 1,18 0,78 0,67 0,17 0,67 1,03 Si 0,30 2,10 1,40 0,45 23,37 0,73 1,03 0,92 0,47 0,67 0,57 0,45 0,37 0,49 _____ Ti ----0,58 0,35 0,26 0,11 0,31 0,83 0,31 0,96 1,11 1,36 15,67 26,15 | 1,21 ----78,39 2,48 Cr 7,31 12,15 13,87 60,92 15,04 14,85 51,92 17,09 27,04 20,35 6,79 12,97 20,88 Mn 0,14 0,23 0,13 0,39 0,26 0,14 0,22 ____ -----____ ____ -----_____ ----------2,24 4,15 4,72 1,86 1,46 2,08 5,90 13,23 8,59 18,36 16,35 17,51 3,67 12,11 16,96 Fe Co 0,21 0,14 0,19 0,21 0,12 0,30 0,14 0,31 0,18 0,20 -----~~~~ ---------------Ni 83,86 50,52 59,48 9,61 12,96 27,97 58,19 59,90 26,82 58,04 49,03 53,96 12,18 34,82 53,35 Cu 0,58 0,43 0,28 0,29 0,43 0,30 0,21 0,22 0,12 0,42 0,40 0,33 0,27 _____ ----Nb 0,14 0,31 0,22 0,53 1,86 1,55 2,18 58,08 11,38 2,93 1,64 0,72 0,50 0,87 2,85 2,27 0,40 0,48 0,84 6,55 0,41 3,62 0,36 1,04 7,85 1,18 1,81 1,96 0,66 1,90 Mo 3,22 17,88 6,26 4,72 2,05 55,27 2,88 0,54 Pd 27,04 18,20 0,32 0,34 0,71 0,44 ----

Analyses chimiques, Inconel 718 brasé avec l'alliage CPW 475, condition « brasage 120 minutes »

Note : le bore et le carbone ne sont pas détectables par l'analyse EDS utilisée dans cette étude.

Guide d'identification des microstructures évaluées par microscopie optique

On se rend compte rapidement à la lecture du chapitre 3 de la complexité de la microstructure que l'on retrouve dans les joints qui ont été brasés à l'aide des deux alliages de brasage utilisés dans cette étude, soit le BNi-2 (AMS 4777) et le PALNICRO 36M (CPW 475). En général, il est reconnu que l'identification des différentes phases et structure présentes dans la brasure de ces deux alliages de brasage requière l'utilisation d'équipements sophistiqués tel le microscope électronique à balayage (MEB) qui permet en plus d'effectuer des analyses de composition chimique (EDS) dans des régions bien précises. Il n'en demeure pas moins que la première étape d'identification de la microstructure des joints brasés s'effectue normalement par microscopie optique en utilisant des grossissements de 50 à 500 X. À ce moment, il est toujours très intéressant de pouvoir procéder à une appréciation sommaire des microstructure en présence dans la brasure des joints. La section qui suit présente des micrographies optiques prises à différentes phases et qui pourront servir de guide pour l'identification sommaire des différentes phases et précipités que l'on retrouvent dans les joints brasés à l'aide des alliages BNi-2 et CPW 475 dans la condition « telle que brasée ».

Alliage BNi-2 (AMS 4777)

À première vue, en utilisant un grossissement moyen (200 X), on peut facilement remarquer la présence de deux phases principales et des précipités bordant la partie centrale du joint qui sont la phase γ -nickel et l'eutectique ainsi que des précipités foncés correspondant à des borures de chrome. La micrographie de la figure 68 illustre les structures mentionnées. En utilisant un grossissement plus grand (500 X), il est possible d'identifier des borures de nickel (Ni₂B) et l'eutectique ternaire (voir figure 69). La micrographie de la figure 70 montre l'aspect de la zone de diffusion qui comprend des borures et carbures aux joints de grain du métal de base.



Figure 68 Micrographie identifiant les principales structures présentes dans un joint brasé avec l'alliage BNi-2 (grossissement initial 200 X)



Figure 69 Micrographie identifiant les principales structures présentes dans la région eutectique d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 (grossissement initial 500 X)



Figure 70 Micrographie montrant la zone de diffusion d'un joint brasé avec l'alliage BNi-2 (grossissement initial 500 X)

Alliage PALNICRO 36M (CPW 475)

L'examen par microscopie optique de la microstructure des joints brasés avec l'alliage CPW 475 permet également de pouvoir identifier les principales phases et précipités présents dans la brasure. À faible grossissement (200 X), on repère immédiatement une phase pâle qui correspond à la solution solide nickel-chrome-palladium-fer, l'eutectique couvrant la partie centrale du joint et des précipités foncés (borures de chrome). La micrographie de la figure 71 illustre les phases et structures mentionnées. À plus fort grossissement (500 X), on peut identifier les borures de nickel, la solution solide nickelchrome-palladium-fer et des borures de chrome fins et de forme allongée dispersés à travers l'eutectique (voir figure 72). Les siliciures de palladium ne sont pas discernables sur les micrographies optiques. La micrographie de la figure 73 montre l'interface métal d'apport-métal de base qui comprend des borures et siliciures fins ainsi que la zone de diffusion dans le métal de base.



Figure 71 Micrographie identifiant les principales structures présentes dans un joint brasé avec l'alliage CPW 475 (grossissement initial 200 X)



Figure 72 Micrographie identifiant les principales structures présentes dans la région eutectique d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 (grossissement initial 500 X)



Figure 73 Micrographie montrant la zone de diffusion d'un joint brasé avec l'alliage CPW 475 (grossissement initial 500 X)

BIBLIOGRAPHIE

American Welding Society, (1991). Brazing Handbook, (Fourth Edition). Miami : AWS.

Bose, D., Datta, A., Rabinkin, A., De Cristofaro, J. (1986). "High Strength Nickel-Palladium-Chromium Brazing Alloys". *Welding Journal*, 65(1), 23s-29s.

D'Silva, T.L., (1979). "Nickel Palladium Base Braze Filler Metals". Welding Journal, 58(10), 283s-286s.

Fabian, R., (1993). Vacuum Technology Practical Heat Treating and Brazing. Materials Park : ASM International.

Humpston, G., Jacobson, D.M., (1993). *Principles of Soldering and Brazing*. Materials Park : ASM International.

Jang, J.S.C., Shih, H.P., (2003). "Evolution of microstructure of AISI 304 stainless steel joint brazed by mechanical alloyed nickel based filler with different silicon content". J. of Materials Science letters, 22, 79-82

Lebaili, S., Hamar-Thibault, S., (1987). "Équilibres liquide-solide dans le système Ni-B-Si dans la région riche en nickel". *Acta metall.*, 35(3), 701-710.

Lee, Y.L., Shiue, R.K., Wu, S.K., (2003). "The microstructural evolution of infrared brazed Fe₃Al by BNi-2 braze alloy". *Intermetallics*, 11(5), 187-195.

Lugscheider, E., Partz, K.D., (1983). "High Temperature Brazing of Stainless Steel with Nickel-Base Filler Metals BNi-2, BNi-5 and BNi-7". *Welding Journal*, 62(6), 160s-164s.

Lugscheider, E., Klöhn, K., Lison, R., (1979). "Strength of High-Temperature Brazed Joints-Influence of Brazing Parameters". *Welding Journal*, 57(10), 319s-323s.

Lugscheider, E., Krappitz, H., (1986). "The Influence of Brazing Conditions on the Impact Strength of High-Temperature Brazed Joints". *Welding Journal*, 65(10), 261s-267s.

Lugscheider, E., Pelster, H., (1983). "Nickel Base Filler Metals of Low Precious Metal Content". *Welding Journal*, 62(10), 261s-266s.

Ou, C.L., Shiue, R.K., (2003). "Microstructural evolution of brazing 422 stainless steel using the BNi-3 braze alloy". *J. of Materials Science*, 38, 2337-2346.

Roberts, P., (2004). Industrial Brazing Practice. Boca Raton : CRC Press.

SAE International, (1999). Aerospace Material Specification, AMS 5596 J. Warrendale: SAE.

SAE International, (2002). *Aerospace Material Specification, AMS* 2675. Warrendale: SAE.

Sakamoto, A., Fujiwara, C., Hattori, T., Sakai, S., (1989). "Optimization Processing Variables in High-Temperature Brazing with Nickel-Based Filler Metals". *Welding Journal*, 68(3), 63-71.

Sakamoto, A., (1983). "Wetting in Vacuum-Inert Gas Partial Pressure Atmosphere Brazing". *Welding Journal*, 62(10), 272s-281s.

Schwartz, M., (2003). Brazing Second Edition. Materials Park : ASM International.

Slama, C., Cizeron, G., (1979). "Étude du comportement structural de l'alliage NC19 Fe Nb (Inconel 718)". J. of Phys. III France, 7(3), 665-688.

Tung, S.K., Lim, L.C., Lai, M.O., (1996). "Solidification Phenomena in Nickel Base Brazes Containing Boron and Silicon". *Scripta Materialia*, 34(5), 763-769.

Wu, X., Chandel, R.S., Li, H., (2001). "Evaluation of transient liquid phase bonding between nickel-based superalloys". J. of Materials Science, 36, 1539-1546.

Wu, X., Li, H., Chandel, R.S., Lan, F., Seow, H.P., (2000). "Effect of mechanical vibration on TLP brazing with BNi-2 nickel-based filler metal". J. of Materials Science Letters, 19, 319-321.

Wu, X.W., Chandel, R.S., Seow, H.P., Li, H., (2001). "Wide gap brazing of stainless steel to nickel-based superalloy". J. of Materials Processing Technology, 113, 215-221.

Wu, X., Chandel, R.S., Li, H., Seow, H.P., Wu, S., (2000). "Induction brazing of Inconel 718 to Inconel X-750 using Ni-Cr-Si-B amorphous foil". J. of Materials Processing Technology, 104, 34-43.

Zhang, X.P., Shi, Y.W., (2004). "A dissolution model of base metal in liquid brazing filler metal during high temperature brazing". *Scripta Materialia*, 50, 1003-1006.

Zorc, B., Kosec, L., (2000). "Comparison of brazed joints made with BNi-1 and BNi-7 nickel-base brazing". *Rev. Metal. Madrid*, 36, 100-107.