

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE	3
1.1 Le brasage en général.....	3
1.2 Les principaux phénomènes physiques en jeu lors du brasage.....	4
1.2.1 Mouillage	4
1.2.2 Capillarité.....	6
1.2.3 Diffusion des éléments.....	7
1.2.4 Dissolution et érosion dans le cadre du brasage	9
1.3 Le brasage au four.....	10
1.3.1 Cycle de brasage	10
1.3.2 Température de brasage	11
1.3.3 Durée de brasage.....	12
1.3.4 Atmosphère de brasage	12
1.4 Le titane et ses alliages	13
1.4.1 Caractéristiques du titane	14
1.4.2 Structure du titane	15
1.4.3 Les alliages de titane	15
1.4.3.1 Éléments d'alliage.....	15
1.4.3.2 Classification des alliages de titane	16
1.4.4 Cas du Ti-6Al-4V	17
1.4.4.1 Composition et microstructures	17
1.4.4.2 Structure lamellaire.....	18
1.4.4.3 Structure bimodale	21
1.4.4.4 Structure équiaxe	22
1.4.4.5 Microstructure et propriétés mécaniques	23
1.5 Le brasage du titane	24
1.5.1 Le brasage du titane en général.....	24
1.5.2 Brasage du Ti-6Al-4V par le Ti-20Zr-20Ni-20Cu.....	25
1.5.2.1 Microstructure des joints brasés.....	26
1.5.2.2 Microstructure et propriétés mécaniques	27
CHAPITRE 2 MÉTHODES EXPÉRIMENTALES	31
2.1 Principes des essais	31
2.1.1 Variation de la température de brasage.....	31
2.1.2 Variation du temps de brasage.....	31
2.2 Brasage de joint en T	32
2.2.1 Description	32
2.2.2 Préparation des joints pour le brasage	33
2.2.3 Assemblage des éléments à braser	34
2.2.4 Cycle thermique	35

2.2.5	Atmosphère de brasage	39
2.3	Analysé des joints brasés	41
2.3.1	Inspection visuelle	41
2.3.2	Microscopie optique.....	42
2.3.2.1	Préparation des échantillons	42
2.3.2.2	Observation des joints.....	43
2.3.3	Microscopie électronique à balayage.....	43
2.3.3.1	Principes.....	44
2.3.3.2	Observation des joints.....	45
2.3.3.3	Mesure de composition chimique	46
2.3.4	Analysé de microureté	46
CHAPITRE 3 RÉSULTATS DES ESSAIS ET DES ANALYSES		49
3.1	Résultats des essais à 870°C	49
3.1.1	Microscopie optique.....	49
3.1.1.1	Zones observées	50
3.1.1.2	Évolution avec le temps	51
3.1.2	Microscopie électronique à balayage.....	54
3.1.2.1	Zones observées	55
3.1.2.2	Composition chimique des zones.....	57
3.1.3	Microdureté.....	59
3.2	Résultats des essais à 875°C au CMQ	62
3.2.1	Cycle et conditions de brasage utilisés	62
3.2.2	Observation de joints brasés	63
3.2.2.1	Développement des lamelles.....	63
3.2.2.2	Érosion et dissolution du métal de base	68
3.2.2.3	Contamination et oxydation des joints.....	69
3.3	Résultats des essais à 900°C	72
3.3.1	Microscopie optique.....	73
3.3.1.1	Zones observées	73
3.3.1.2	Évolution avec le temps	76
3.3.1.3	Comparaison des différentes épaisseurs à 870°C et 900°C	78
3.3.2	Microscopie électronique à balayage	80
3.3.2.1	Zones observées	81
3.3.2.2	Composition chimique des zones.....	83
3.3.3	Microdureté.....	84
3.3.4	Brasage de joints à recouvrement	88
3.3.4.1	Brasage pendant 40 minutes	89
3.3.4.2	Brasage pendant 80 minutes	90
3.3.4.3	Composition chimique dans le joint	91
CHAPITRE 4 DISCUSSION		109
4.1	Conditions de brasage	110
4.2	Durée et température de brasage.....	112
CONCLUSION		117

RECOMMANDATIONS	121
ANNEXE I	123
BIBLIOGRAPHIE.....	125

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1 Tension superficielle de certains liquides Tiré de Thomas (2006, p. 166)	5
Tableau 1.2 Principales propriétés du titane pur Adapté de Donachie (2000).....	14
Tableau 1.3 Composition du Ti-20Zr-20Ni-20Cu	25
Tableau 3.1 Numéro atomique des différents éléments présents dans le joint	57
Tableau 3.2 Composition des différentes zones lors du brasage à 870°C	58
Tableau 3.3 Épaisseurs des couches d'aiguilles dans les joints brasés à 870 et 875°C.....	66
Tableau 3.4 Composition chimique des différentes zones pour le brasage à 900°C	83
Tableau 3.5 Coordonnées des zones caractéristiques pour 900°C et 40 minutes	96
Tableau 3.6 Coordonnées des zones caractéristiques pour 900°C et 80 minutes	96
Tableau 3.7 Coefficients de diffusion D du cuivre dans le titane à 900°C	103
Tableau 3.8 Coefficients de diffusion D du nickel dans le titane à 900°C	105
Tableau 3.9 Coefficients de diffusion D du zirconium dans le titane à 900°C.....	106

LISTE DES FIGURES

		Page
Figure 1.1	Schéma d'un joint brasé avec le métal d'apport à l'état liquide Adapté de Brazing, Soldering et Knovel (2007, p. 43)	4
Figure 1.2	Représentation des tensions superficielles à l'équilibre Adapté de Jacobson (2005, p. 16)	5
Figure 1.3	Diffusion depuis une plaque de largeur $2h$ pour différentes valeurs de Dt/h Adapté de Mehrer (2007, p. 44)	8
Figure 1.4	Diagramme binaire simplifié pour expliquer les étapes du brasage Tiré de Ruiz-Vargas (2014)	9
Figure 1.5	Représentation d'une maille de titane (a) Structure hexagonale compacte, (b) Structure cubique centrée Adapté de Donachie (2000, p. 2)	15
Figure 1.6	Schéma de l'influence des éléments d'alliage Tiré de Leyens et Sons (2003, p. 9)	16
Figure 1.7	Principales caractéristiques des catégories d'alliage de titane Tiré de Donachie (2000, p. 22)	17
Figure 1.8	Traitements thermomécaniques typiques des alliages de titane Tiré de Leyens et Sons (2003, p. 13)	18
Figure 1.9	Schématisation du mécanisme des formation des structures lamellaires Tiré de Donachie (2000, p. 22)	19
Figure 1.10	Définitions types de lamelles du Ti-6Al-4V Adapté de Donachie (2000, p. 23)	20
Figure 1.11	Structure bimodale du Ti-6Al-4V Tiré de Yeom (2012)	21
Figure 1.12	Schématisation des procédés thermomécaniques pour obtenir une structure bimodale du Ti-6Al-4V Tiré de Lütjering (2007)	22
Figure 1.13	Structure équiaxe du Ti-6Al-4V Tiré de Yeom (2012)	23
Figure 1.14	Microstructures de joints de Ti-6Al-4V brasés à 950°C avec le Ti-20Zr-20Ni-20Cu pendant (a) 10, (b) 20, et (c) 30 minutes. Tiré de Ganjeh et al. (2012)	26

Figure 1.15	Courbes et résultats de contrainte en fonction de la déformation de joints brasés 600, 1200 et 1800 s Tiré de Ganjeh et al. (2012)	28
Figure 2.1	Représentation d'un joint brasé en T Tiré de Finch (2007)	32
Figure 2.2	Illustration des joints de raccordement d'un joint en T	33
Figure 2.3	Illustration d'un joint perpendiculaire et d'un joint présentant un défaut de perpendicularité	33
Figure 2.4	Assemblage dans le cas du feuillard	34
Figure 2.5	Four de brasage utilisé	35
Figure 2.6	Représentation d'un cycle thermique classique	36
Figure 2.7	Cycle thermique initial à 900°C	37
Figure 2.8	Cycle de brasage effectivement utilisé à 900°C	38
Figure 2.9	Cycle de brasage utilisé à 870°C	39
Figure 2.10	Four de brasage utilisé avec la pompe à vide branchée sur l'extrémité gauche	40
Figure 2.11	Photo d'un joint oxydé après brasage	40
Figure 2.12	Photographie d'un joint brasé non oxydé	41
Figure 2.13	Impact du faisceau d'électrons sur l'échantillon produisant différentes émissions Adapté de Jacobson, 2005	44
Figure 2.14	Principe de l'analyse par détecteur EDS Tiré de Perrin (2007)	45
Figure 3.1	Photographie d'un joint brasé à 870°C pendant 20 minutes	51
Figure 3.2	Microstructures de joints brasés à 870°C pendant a) 5, b) 10, c) 20, d) 40 et e) 80 minutes	52
Figure 3.3	Évolution des épaisseurs de la couche d'aiguilles, de la zone d'interdiffusion et du métal d'apport à 870°C	53
Figure 3.4	Image globale d'un joint brasé à 870°C pendant 80 minutes (x60)	55
Figure 3.5	Image prise au MEB d'un joint brasé à 870°C pendant 80 minutes (x100)	56
Figure 3.6	Carte de microdureté d'un joint brasé à 870°C pendant 80 minutes	60

Figure 3.7	Comparaison des cycles thermiques entre le brasage au CMQ et à Concordia	63
Figure 3.8	Joint brasé à 875°C pendant 80 minutes et un feuillard pour métal d'apport	64
Figure 3.9	Joint brasé à 875°C pendant 80 minutes et de la pâte pour métal d'apport	65
Figure 3.10	Joint brasé à 875°C pendant 20 minutes et de la pâte pour métal d'apport	65
Figure 3.11	Comparaison du refroidissement des deux fours utilisés	67
Figure 3.12	Joints brasés à 875°C pendant 80 minutes avec a) du feuillard et b) de la pâte comme métal d'apport	68
Figure 3.13	Joints brasés à 875°C pendant 20 minutes sous des pressions de a) 10^{-5} mbar et de b) 10^{-2} mbar	70
Figure 3.14	Cycle de brasage utilisé à 900°C	72
Figure 3.15	Photographie d'un joint brasé à 900°C pendant 80 minutes	74
Figure 3.16	Mise en évidence du défaut de perpendicularité sur un joint brasé à 900°C pendant 40 minutes	75
Figure 3.17	Microstructure de joints brasés à 900°C pendant a) 5, b) 10, c) 20, d) 40 et e) 80 minutes	76
Figure 3.18	Évolution de la ZI, de la ZL et de l'épaisseur du métal d'apport à 900°C	77
Figure 3.19	Évolution des zones d'interdiffusion à 870 et 900°C en fonction du temps de brasage	78
Figure 3.20	Évolution de l'épaisseur du métal d'apport à 870 et 900°C	79
Figure 3.21	Évolution des zones de lamelles à 870°C et 900°C en fonction du temps de brasage	80
Figure 3.22	Image prise au MEB d'un joint brasé à 900°C pendant 80 minutes (x60)	81
Figure 3.23	Image prise au MEB d'un joint brasé à 900°C pendant 80 minutes (x150)	82
Figure 3.24	Carte de microdureté d'un joint brasé à 900°C pendant 80 minutes	85
Figure 3.25	Carte de microdureté d'un joint brasé à 900°C pendant 80 minutes	86

Figure 3.26	Schéma du montage utilisé pour le brasage de joints à recouvrement	88
Figure 3.27	Joint à recouvrement brasé à 900°C pendant 40 minutes	89
Figure 3.28	Joint à recouvrement brasé à 900°C pendant 80 minutes	90
Figure 3.29	Position des mesures de composition chimique à 900°C pendant 40 minutes.....	92
Figure 3.30	Position des mesures de composition chimique à 900°C pendant 80 minutes.....	92
Figure 3.31	Composition des éléments dans un joint brasé à 900°C pendant 40 minutes en fonction de la distance dans le métal de base.....	93
Figure 3.32	Composition des éléments dans un joint brasé à 900°C pendant 80 minutes en fonction de la distance dans le métal de base	94
Figure 3.33	Variations des compositions chimiques pour un brasage à 900°C pendant 40 minutes en fonction de la distance dans le métal de base.....	95
Figure 3.34	Variations des compositions chimiques pour un brasage à 900°C pendant 80 minutes en fonction de la distance dans le métal de base.....	95
Figure 3.35	Évolution de la composition du titane dans les joints brasés à 900°C pendant 40 et 80 minutes.....	97
Figure 3.36	Évolution de la composition du vanadium dans les joints brasés à 900°C pendant 40 et 80 minutes.....	97
Figure 3.37	Évolution de la composition de l'aluminium dans les joints brasés à 900°C pendant 40 et 80 minutes.....	98
Figure 3.38	Évolution de la composition du nickel dans les joints brasés à 900°C pendant 40 et 80 minutes.....	99
Figure 3.39	Évolution de la composition du cuivre dans les joints brasés à 900°C pendant 40 et 80 minutes.....	99
Figure 3.40	Évolution de la composition du zirconium dans les joints brasés à 900°C pendant 40 et 80 minutes.....	100
Figure 3.41	Comparaison de la composition du cuivre et de son modèle pour 40 minutes	101
Figure 3.42	Comparaison de la composition du cuivre et de son modèle pour 80 minutes	102

Figure 3.43	Comparaison de la composition du nickel et de son modèle pour 40 minutes	103
Figure 3.44	Comparaison de la composition du nickel et de son modèle pour 80 minutes	104
Figure 3.45	Comparaison de la composition du zirconium et de son modèle pour 40 minutes	105
Figure 3.46	Comparaison de la composition du zirconium et de son modèle pour 80 minutes	106
Figure 4.1	Traces d'oxydation et présence de fissure sur un joint	112
Figure 4.2	Lamelles présentes dans un joint brasé à 900°C pendant 80 minutes	113

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

AWS	American Welding Society
BSE	Backscattered electrons (Électrons rétrodiffusés)
EDS	Energy Dispersive Spectroscopy
MA	Métal d'apport
MdB	Métal de base
MEB	Microscope Électronique à Balayage (SEM en Anglais)
ZI	Zone d'interdiffusion
ZL	Zone de lamelles

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

γ_{SL}	Tension de surface entre un solide et un liquide (N.m ⁻¹)
γ_{LV}	Tension de surface entre un liquide et l'atmosphère (N.m ⁻¹)
γ_{SV}	Tension de surface entre un solide et un l'atmosphère (N.m ⁻¹)
θ	Angle de mouillage
F_C	Force de capillarité (N.m ⁻¹)
HV	Dureté Vickers
D	Coefficient de diffusion (m ² .s ⁻¹)

INTRODUCTION

Le brasage est un procédé ancestral permettant l’assemblage de deux matériaux à l’aide d’un troisième, nommé métal d’apport. Cette technique s’est développée au cours des âges et la gamme de matériaux qu’il concerne s’est élargie de manière considérable. C’est ainsi que depuis une cinquantaine d’années le brasage du titane et de ses alliages s’est développé et son évolution revêt d’importants enjeux industriels pour les domaines aéronautique, énergétique ou encore chimique.

Cet intérêt pour le titane réside dans les caractéristiques qu’il offre, à savoir de bonnes propriétés mécaniques à haute température, une excellente résistance à la corrosion pour une masse volumique qui est 1,5 fois plus faible que celle de l’acier ou de certains superalliages. Néanmoins, la forte réactivité du titane en fait un matériau sensible à braser et les propriétés des joints obtenus restent relativement méconnues tant dans l’aspect microstructural que mécanique.

Cette maîtrise s’inscrit dans un projet de recherche mené en étroite collaboration avec l’entreprise Turboméca Canada, qui œuvre dans le domaine aéronautique, et concerne en particulier l’alliage de titane Ti-6Al-4V brasé avec le Ti-20Zr-20Ni-20Cu comme métal d’apport. Cette recherche s’inscrit dans un processus à long terme visant l’industrialisation du brasage de ces deux matériaux pour remplacer les pièces actuellement fabriquées avec d’autres matériaux. L’objectif de cette recherche est d’étudier la microstructure des joints brasés et de proposer un procédé de brasage dont les joints produits présenteront les meilleures caractéristiques microstructurales. C’est une étape qui servira de base à une phase ultérieure d’essais mécaniques sur des éprouvettes brasées selon les conditions décrites dans ce présent mémoire.

Dans un premier temps, une revue de littérature concentrée sur le brasage en général et sur le titane et ses alliages est présentée. Elle regroupe en particulier les notions fondamentales du

brasage ainsi que des informations spécifiques sur les alliages de titane et leurs microstructures.

Le deuxième chapitre détaille l'ensemble des méthodes expérimentales employées et couvre l'intégralité du brasage, de la préparation des pièces à l'analyse finale des joints en passant par le procédé en lui-même.

Dans le troisième les résultats des analyses sont présentés selon la température et le temps de brasage utilisés. Il regroupe des observations au microscope optique et au MEB, avec des analyses de composition chimique des microstructures et des essais de microdureté menés dans les joints.

Le chapitre suivant expose les résultats pertinents relevés et présente l'importance de certains paramètres et les conditions à respecter pour réaliser un brasage de qualité. Ce chapitre introduit la section de conclusions suivante qui se concentre sur le procédé de brasage à suivre dans son ensemble. Finalement la partie de recommandations propose des étapes à développer pour poursuivre le travail de recherche et le lancer à un autre stage d'étude.

CHAPITRE 1

REVUE DE LITTÉRATURE

1.1 Le brasage en général

Des objets fabriqués en or ; des haches forgées en cuivre, en argent ou encore en plomb : telles sont les premières traces de métallurgie de l'humanité. Ces vestiges sont ceux du peuple Sumérien, installé dans le sud de la Mésopotamie, et datent de 4400 av J.C. (American Welding Society, 2007). Bientôt, l'évolution de leur savoir et des techniques leur permettent de joindre deux pièces métalliques d'or et d'argent : le brasage était né.

Depuis, le procédé s'est largement développé et on le retrouve dans de nombreuses industries du monde actuel, notamment dans le domaine de l'aéronautique. Le brasage permet ainsi aujourd'hui d'assembler de très nombreux métaux entre eux, de même que certaines céramiques.

Le brasage est défini par l'American Welding Society (AWS) comme un procédé d'assemblage visant à joindre des matériaux en les chauffant à la température de brasage, et ce, en présence d'un métal d'apport (American Welding Society, 2007). Le métal d'apport est disposé entre les matériaux à assembler et sa fusion lui permet de se distribuer par capillarité et de mouiller les surfaces des matériaux de base lorsque la température aura atteint la température de brasage. Lorsque cette température est supérieure à 450°C on parle alors de brasage fort, en opposition au brasage tendre. Dans le cadre de cette étude, le terme de brasage renverra exclusivement au brasage fort, étant donné que la température de fusion de l'alliage de brasage concerné est de 856°C. La mise en contact de cet alliage de brasage avec le métal de base va conduire à de nombreuses interactions entre tous ces éléments. La Figure 1.1 donne la représentation d'un joint brasé avec le jeu de brasage, correspondant à l'espace entre les deux surfaces du métal de base, l'écoulement du métal d'apport dans ce jeu et enfin l'angle de contact qu'il crée.

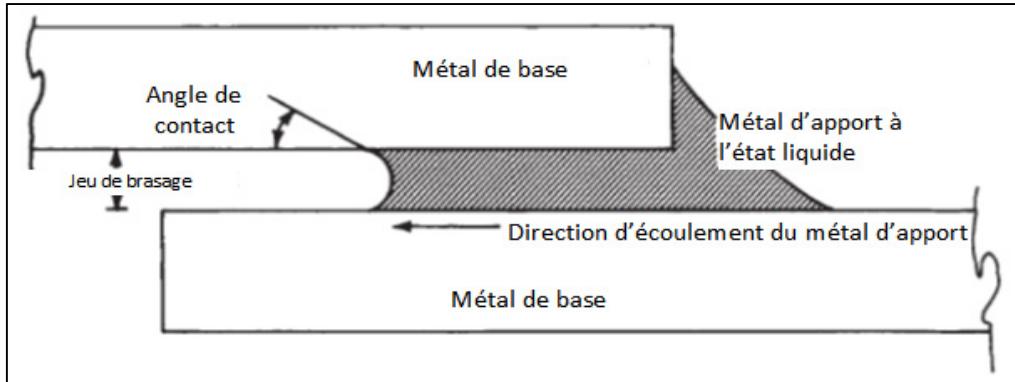


Figure 1.1 Schéma d'un joint brasé avec le métal d'apport à l'état liquide
Adapté de American Welding Society (2007)

1.2 Les principaux phénomènes physiques en jeu lors du brasage

Bien que le procédé de brasage soit une application pratique et relativement facile à mettre en œuvre, de nombreux phénomènes physiques rentrent en jeu et rendent ainsi possible l'assemblage de deux métaux. Cette section s'intéressera en particulier aux notions de mouillage et de capillarité du métal d'apport qui sont les points de départ de tout procédé de brasage, puis une section sur la diffusion apportera des éléments sur ce phénomène impliqué dans la formation d'un joint brasé.

1.2.1 Mouillage

En premier lieu, le phénomène de mouillage intègre la notion de tension superficielle. La tension superficielle désigne la force par unité de longueur qui correspond à l'énergie de surface d'un corps solide ou liquide et dépend du médium dans lequel il est plongé (Landolt, 1997). On note la tension superficielle γ et s'exprime en N.m^{-1} .

Le travail élémentaire dW qu'il faut fournir pour pouvoir augmenter la surface libre d'un fluide de dS est proportionnel à γ et s'exprime ainsi :

$$dW = \gamma \cdot dS \quad (1.1)$$

Le Tableau 1.1 suivant présente quelques valeurs de tension superficielles :

Tableau 1.1 Tension superficielle de certains liquides
Tiré de Thomas (2006, p. 166)

Liquide à 20°C	Eau	Eau savonneuse	Hydrocarbures	Glycérine
γ (N.m ⁻¹)	0,073	0,060 à 0,050	0,015 à 0,031	0,065

Le cas basique d'une goutte déposée sur une surface solide est schématisé sur la Figure 1.2 et fait intervenir les trois superficielles suivantes :

- γ_{LV} : représentant la tension superficielle à l'interface liquide-vapeur, en N.m⁻¹ ;
- γ_{SL} : représentant la tension superficielle à l'interface solide-vapeur, en N.m⁻¹ ;
- γ_{SV} : représentant la tension superficielle à l'interface solide-liquide, en N.m⁻¹.

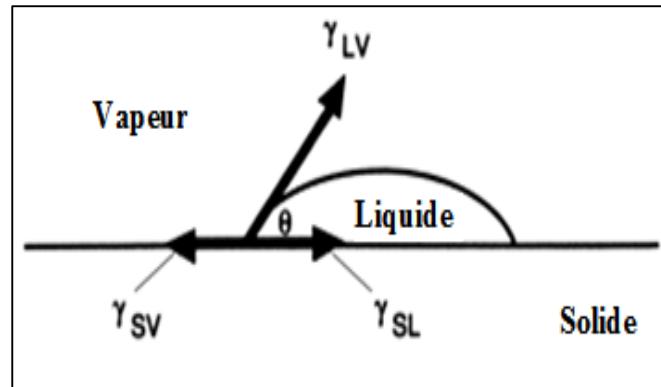


Figure 1.2 Représentation des tensions superficielles à l'équilibre
Adapté de Jacobson (2005, p. 16)

Lorsque ces trois tensions sont en équilibre, ce qui se caractérise par l'immobilité de la goutte, on obtient alors l'équation suivante :

$$\vec{\gamma}_{LV} + \vec{\gamma}_{SL} + \vec{\gamma}_{SV} = \vec{0} \quad (1.2)$$

De plus, en faisant intervenir l'angle de mouillage θ on obtient la relation de Young qui lie ces tensions superficielles à θ et qui s'exprime :

$$\cos \theta = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}} \quad (1.3)$$

Dans le cas du brasage, la mouillabilité caractérise la facilité avec laquelle une goutte du métal d'apport, ou brasure, s'étend sur la surface solide du métal de base lorsqu'il se trouve à l'état liquide (Landolt, 1997). Ainsi, c'est uniquement la valeur de l'angle θ qui caractérisera la mouillabilité : un angle de mouillage inférieur à 90° permet le mouillage et voit alors la goutte s'étendre, tandis qu'un angle supérieur à 90° ne le permet pas. Le mouillage parfait, ou mouillage total, correspond à un angle de 0° où le métal d'apport s'étale entièrement sur le métal de base. Pour des applications de brasage l'angle pour lequel le mouillage est optimal est estimé être entre 10 et 45° (Stephens, 2006). Selon l'équation de Young (1.3), faire varier les valeurs des tensions superficielles permet donc de contrôler la valeur de cet angle. C'est ainsi qu'apparaît la nécessité de préparer adéquatement le métal de base en prévenant, par exemple, la présence d'éléments sur ses surfaces pour jouer sur la valeur de γ_{SV} et alors contrôler le mouillage. De même, l'atmosphère en présence lors du brasage aura une influence sur les valeurs de γ_{LV} et de γ_{SV} et sera donc un paramètre à prendre en compte. En outre, la température de brasage est un paramètre qui joue un rôle sur la tension superficielle γ_{SL} et sur la fluidité du métal d'apport, et donc sur son écoulement.

1.2.2 Capillarité

L'écoulement du liquide lors du brasage est appelé la capillarité et est encore aujourd'hui considéré comme un mécanisme physique complexe. Malgré tout, lorsque l'angle de mouillage est inférieur à 90° , il est possible de définir la force de capillarité qui découle de l'effet des énergies de surface de deux plaques parallèles et qui s'exprime ainsi :

$$F_c = 2\gamma_{LV}\cos\theta \quad (1.4)$$

L'expérience a néanmoins démontré que de nombreux paramètres ont une influence sur la force de capillarité et que l'équation (1.4) ne rend compte que d'une partie des paramètres mis en jeu. Parmi ces variables ayant un effet sur la capillarité du métal d'apport on retrouve notamment la rugosité du métal de base, la viscosité de la brasure, la température de brasage et la composition chimique des matériaux (American Welding Society, 2007).

1.2.3 Diffusion des éléments

La diffusion des éléments a été étudiée par Fick et en 1855 deux lois sont établies. Plus communément appelée deuxième loi de Fick, cette dernière est particulièrement pertinente car elle décrit le changement de concentration d'un élément en fonction de sa position et du temps :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (1.5)$$

Avec C qui représente la concentration de l'élément étudié, t est le temps en seconde, D est le coefficient de diffusion et x est la position.

En se plaçant dans le cas d'une plaque d'une largeur de $2h$, avec une concentration initiale C_0 d'un élément qui diffuse vers les deux plaques d'un matériau pur qui entourent cette première, la deuxième loi de Fick admet pour solution la fonction (Mehrer, 2007) :

$$C(x, t) = \frac{C_0}{2} \left[\operatorname{erf} \left(\frac{x + h}{2\sqrt{Dt}} \right) + \operatorname{erf} \left(\frac{x - h}{2\sqrt{Dt}} \right) \right] \quad (1.6)$$

La Figure 1.3 représente une telle configuration avec la représentation du champ de concentration normé, $C(x, t)/C_0$, résultant de l'équation (1.6) pour différentes valeurs de Dt/h .

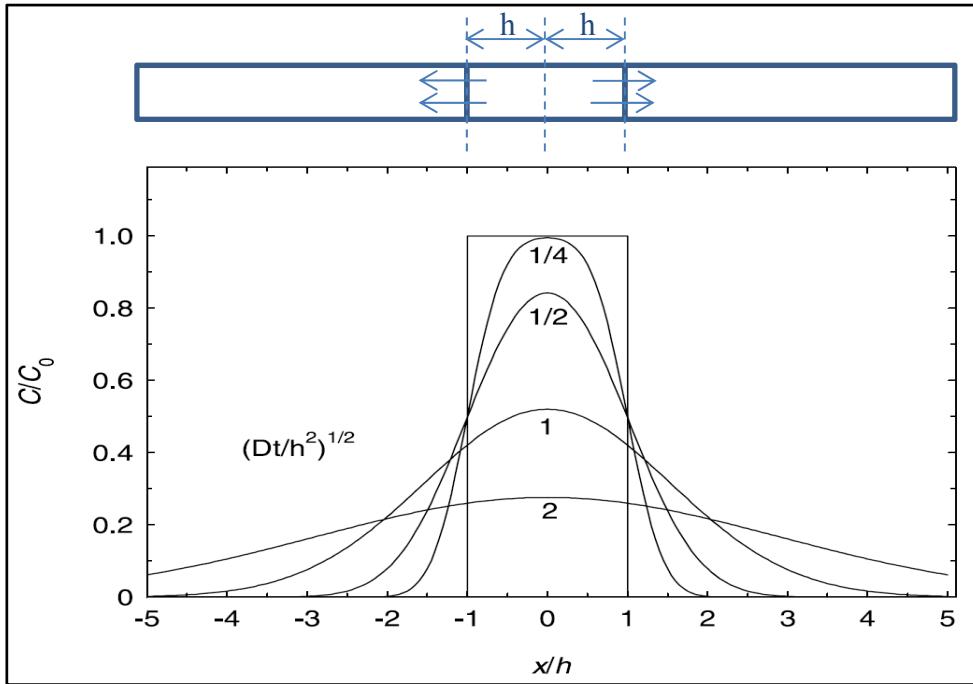


Figure 1.3 Diffusion depuis une plaque de largeur $2h$ pour différentes valeurs de \sqrt{Dt}/h
 Adapté de Mehrer (2007, p. 44)

Il est important de noter que pour des cas comme celui présenté ci-dessus, la valeur de l'épaisseur h est un paramètre constant dans le temps. Dans le cas du brasage, ceci signifierait que l'interface entre le métal d'apport et le métal de base est fixe, c'est-à-dire que le métal d'apport garde une épaisseur constante entre les plaques du métal de base. Cette hypothèse n'est pas exacte et la valeur h peut ici être interprétée comme un facteur empirique qui prend en compte cette variation de l'épaisseur et qui permet de faire correspondre la concentration avec le modèle de l'équation (1.6) qui ne prend pas en compte le déplacement de l'interface.

Grâce à des relevés de composition dans les matériaux il est donc possible d'approximer ces mesures à des fonctions de la forme décrite ci-dessus et de prédire l'évolution de la concentration d'un élément en fonction de sa position dans le matériau et du temps.

1.2.4 Dissolution et érosion dans le cadre du brasage

La composition chimique des matériaux en présence a une importance capitale dans le brasage et leurs variations sont clés pour ce procédé. En effet, on peut diviser le brasage en différentes étapes, décrites ci-dessous et schématisées sur le diagramme de phase de la Figure 1.4, où les différentes compositions chimiques interviennent :

- Chauffage du métal de base et du métal d'apport jusqu'à la fusion de ce dernier. Figure 1.4 point 1 ;
- Maintien à la température de brasage T_B ;
- Début de la dissolution du métal de base, permettant au liquide de rejoindre sa composition d'équilibre en passant du point 1 au point 2 ;
- Début de la solidification isotherme à T_B ;
- Refroidissement de l'ensemble des éléments depuis le point 3. (Ruiz-Vargas, 2014)

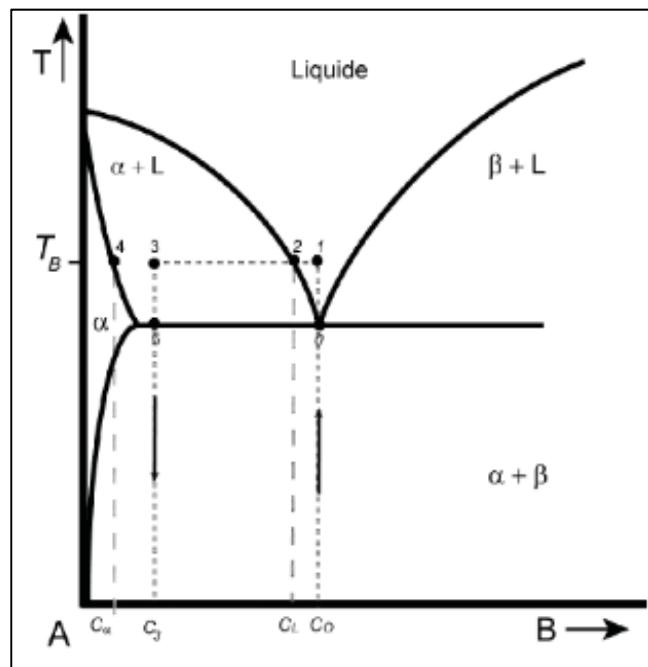


Figure 1.4 Diagramme binaire simplifié pour expliquer les étapes du brasage
Tiré de Ruiz-Vargas (2014)

L'agitation thermique entraîne réciproquement la migration d'atomes du métal de base vers le métal d'apport. Ces déplacements d'atomes sont liés à l'énergie d'activation des matériaux et sont contrôlés par la diffusion (Turner, 2005). La dissolution du métal de base apparaît lorsque les éléments abaissant le point de fusion du matériau de base sont en quantité suffisante dans le joint. Le métal d'apport sous forme liquide entre alors en contact avec une infime couche liquide de métal de base, permettant ainsi le mouillage dans le joint. La dissolution excessive du métal de base entraîne localement une perte de matière et une réduction de l'épaisseur : on parle alors de surface érodée. L'érosion est donc à prendre en compte dans le brasage, notamment dans le cas de structures fines où l'épaisseur des métaux est critique, et il sera important de surveiller ce phénomène lors des essais.

1.3 Le brasage au four

Dans le cadre de cette maîtrise, le brasage au four (ou en fournaise) sera la méthode employée. Il existe d'autres moyens de braser, parmi lesquels nous pouvons citer le brasage à la torche, le brasage par induction, le brasage par résistance ou encore le brasage par technologie infrarouge. Par rapport à ces méthodes de brasage citées, le brasage au four présente l'avantage de pouvoir braser des pièces de tailles importantes et de pouvoir braser plusieurs pièces lors d'une même opération, assurant ainsi une certaine répétabilité dans le procédé. Même si le coût originel des équipements est plus élevé, le brasage au four apparaît très compétitif notamment avec cette potentialité de produire des pièces par lot (American Welding Society, 2007). En revanche, la problématique de l'atmosphère de brasage est centrale pour ne pas produire des pièces contaminées. Ce sujet sera abordé après avoir décrit la forme générale d'une opération de brasage.

1.3.1 Cycle de brasage

En théorie, un cycle de brasage au four est très basique comme il a pu être résumé dans la section précédente. Cependant, ces étapes élémentaires cachent les précautions à prendre avant toute opération. Le chauffage est contrôlé par un programme et peut se présenter sous une multitude de formes selon le cas en présence : chauffage linéaire constant, variations de

la vitesse de chauffe, chauffage par paliers, etc. Ce dernier cas de chauffage par paliers est généralement utilisé pour supprimer le risque de surchauffe. En effet, en raison de l'inertie thermique il existe un décalage entre la température programmée et la température effective à l'intérieur du four. Ceci peut alors conduire à dépasser la température souhaitée lorsque le chauffage s'arrête. Les différents paliers placés pendant le chauffage, typiquement d'une durée d'une dizaine de minutes, permettent l'homogénéisation de la température dans l'ensemble du four mais sont surtout introduits en dessous de la température de liquidus du métal d'apport pour éviter toute fusion prématuée de ce dernier dans le cycle.

Lorsque la température de brasage est atteinte, le four est maintenu à cette température pour une durée correspondant à la durée de brasage (ou temps de brasage). La durée est généralement définie en fonction des caractéristiques du joint que l'on désire obtenir. Plus la durée de brasage sera longue et plus la diffusion des éléments sera facilitée, entraînant le développement certaines microstructures dans le joint. Macroscopiquement, il s'agira général davantage de la largeur du joint finale désirée.

Enfin, le cycle de brasage se conclut par le refroidissement du four, permettant ainsi au joint de se solidifier. Comme dans le cas du chauffage en début de cycle, le refroidissement du four peut lui aussi être contrôlé selon des programmes définis, ou bien dans certains cas, suivre un refroidissement naturel (Schwartz, 2003).

1.3.2 Température de brasage

La température de brasage est un paramètre critique lors du brasage. Elle a une grande importance tant au niveau de la mouillabilité du métal d'apport que de la diffusion des éléments. La plage de températures de brasage envisageables se situe au-dessus de la température de fusion du métal d'apport et en dessous de celle du métal de base. Suivant ces contraintes, la température la plus basse possible est choisie et ce pour deux raisons principales : d'une part cela nécessite moins d'énergie, et ça permet d'autre part de réduire les impacts de la montée en température sur les matériaux de base (Schwartz, 2003). En effet,

l'augmentation de la température peut entraîner certains changements de microstructure dans le cas du Ti-6Al-4V et en particulier augmenter la taille des grains α ce qui en dégraderait certaines caractéristiques mécaniques. Dans le cas du Ti-6Al-4V, il est recommandé d'adopter une température de brasage se situant au moins 38°C transus β et idéalement 66°C sous cette température (Donachie, 2000). En utilisant le Ti-20Zr-20Ni-20Cu comme métal d'apport, le domaine de températures recommandées est compris entre 880°C et 920°C (Shapiro et Rabinkin, 2003).

1.3.3 Durée de brasage

La durée de brasage est un paramètre éminemment important dont le choix se fait en regard de nombreux facteurs. Le temps de brasage dirige directement le phénomène de diffusion. Ainsi, plus le temps augmente, plus la diffusion est importante, ayant pour conséquence première l'augmentation de la distance que parcouruent les atomes lors du brasage. Une durée suffisamment importante facilitera donc la disparition du métal d'apport se trouvant entre les plaques de base grâce à la diffusion des éléments vers ces dernières.

De plus, l'homogénéité de la composition chimique du joint se voit favoriser lors de l'augmentation du temps de brasage, ayant pour résultat la disparition de certaines phases pouvant fragiliser le joint.

Cependant, une durée de brasage excessive peut conduire à modifier de façon trop profonde la structure cristallographique du métal de base, et ce, au détriment d'une microstructure présentant de meilleures caractéristiques mécaniques. Enfin, dans le cas d'applications industrielles, une longue durée de brasage n'est pas souhaitée vis-à-vis des problématiques de coûts et de cadences de fabrication.

1.3.4 Atmosphère de brasage

Lors de la montée en température, et plus généralement, pendant le cycle tout entier, de nombreuses réactions chimiques vont avoir lieu et il convient de les maîtriser pour éviter toute réaction indésirable. En effet, à haute température, les éléments composant

l'atmosphère interféreront avec les éléments en présence et créeront de nouveaux composés non souhaités, comme par exemple des oxydes. Tous les résidus pouvant se trouver à l'intérieur du four et résultant d'opérations de brasage antérieures sont autant d'hypothétiques candidats à la contamination des joints brasés : le nettoyage du four avant le brasage est donc primordial.

Complémentairement au nettoyage, la purge du four par un gaz inerte peut être mise en place, dans le but de remplacer l'air initialement présent par un gaz qui n'interagira pas lors du brasage. L'utilisation d'Argon est très commune dans le cas du brasage.

La création d'un vide pendant le cycle est également une solution complémentaire à l'utilisation de la purge. La création d'un vide à l'intérieur du four permet de limiter la présence de gaz dans le four pouvant entraîner une contamination. Il existe différent niveau de vide selon la valeur de la pression. Dans le cas du brasage on retiendra en particulier le vide poussé, qui correspond à des pressions allant de 10^{-3} à 10^{-7} Torr (Angelo, 2008). Une séquence de purge suivit de la création d'un vide constitue une excellente solution pour contrôler les gaz présents dans le four et minimiser les risques de contamination.

1.4 Le titane et ses alliages

Le titane a été initialement découvert en 1790. Cependant, il n'a pas été purifié avant le début des années 1900 et ce n'est qu'à partir de la deuxième moitié du vingtième siècle que son utilisation s'est popularisée. Malgré tout, le titane peut maintenant s'appuyer sur plus de 50 ans de pratiques industrielles, provenant originellement du secteur militaire avec notamment la conception d'aéronef ou encore de turbines à gaz. De nos jours on le retrouve dans des équipements plus communs comme dans des clubs de golf ou dans des cadres de vélo.

La variété des secteurs où le titane apparaît illustre avant tout les nombreux avantages qu'il présente, parmi lesquels on peut citer :

- Sa masse volumique, qui est 1,5 fois plus faible que celle de l'acier ou de superalliages de nickel ;

- Ses alliages ont une résistance mécanique qui en fait un matériau extrêmement intéressant ;
- Sa résistance à la corrosion qui est exceptionnelle ;
- La possibilité de travailler à hautes températures, jusqu'à environ 550°C ;
- Son prix, comparable à celui des superalliages ;
- Il est abondant sur Terre en étant le 9^{ème} élément le plus répandu.

En plus de tous ces avantages, le titane peut être travaillé sous de très nombreux procédés comme le forgeage, la fonderie, le soudage, le brasage ou l'usinage (Donachie, 2000).

1.4.1 Caractéristiques du titane

De par les caractéristiques qu'ils présentent, le titane et ses alliages sont préférablement utilisés dans deux cas : les environnements nécessitant de bonnes propriétés de résistance à la corrosion et les structures où la résistance, combinée à la masse des matériaux, sont essentielles. Le Tableau 1.2 recense certaines des propriétés du titane pur.

Tableau 1.2 Principales propriétés du titane pur
Adapté de Donachie (2000)

Propriété	Valeur et unité
Numéro atomique	22
Masse atomique	47,9 g
Masse volumique	4,51 g.cm ⁻³
Température de transformation allotropique	888°C
Température de fusion	1670°C
Température d'ébullition	3287°C
Capacité thermique massique	522 J.kg.K ⁻¹
Conductivité thermique	16,7 W.m ⁻¹ .K ⁻¹
Module d'élasticité	110000 MPa
Coefficient de Poisson	0,33

1.4.2 Structure du titane

Le titane est un élément dit allotropique : ceci signifie qu'il existe sous plusieurs structures cristallines. En effet, on peut le retrouver selon deux structures cristallographiques : une structure hexagonale compacte, à basse température, et une structure cubique centrée, à haute température (Figure 1.5), que l'on nomme respectivement phase alpha (α) et phase béta (β). Dans le titane pure, la transformation de la phase alpha à la phase béta intervient lorsque la température atteint et dépasse 888°C , que l'on appelle température de transus β , notée T_{β} .

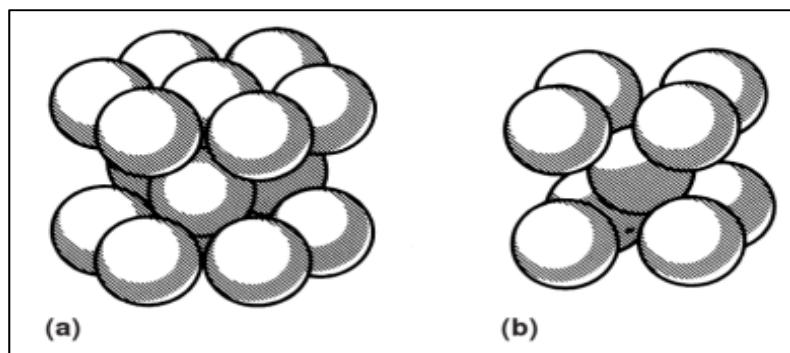


Figure 1.5 Représentation d'une maille de titane (a) Structure hexagonale compacte, (b) Structure cubique centrée
Adapté de Donachie (2000, p. 2)

1.4.3 Les alliages de titane

1.4.3.1 Éléments d'alliage

Le caractère allotropique du titane permet de classer les éléments auquel on l'allie selon deux catégories : les éléments α -gènes et les éléments β -gènes. La présence d'éléments α -gènes, tels que l'aluminium, l'oxygène et le nitrogène, fait augmenter la température pour laquelle la phase α est stable, permettant alors des applications mécaniques à plus haute température. A l'inverse, lorsque des éléments β -gènes sont présents, la phase β est stable à des températures plus faibles et la température de la transformation de la phase α à la phase β diminue. En réalité, deux types d'éléments β -gènes existent : il existe des éléments isomorphes qui sont miscibles dans la phase β et parmi lesquels on peut compter le vanadium

et le molybdène ; l'autre groupe d'éléments forme quant à lui des systèmes eutectoïdes. Le cuivre, le nickel ou encore le chrome font partie de cette catégorie. Sur la Figure 1.6 l'influence des éléments sur la structure du titane est illustrée.

Par ailleurs, des éléments comme le zirconium ou l'étain, que l'on retrouve dans les alliages de titane, n'ont aucune influence sur la stabilité ou bien de la phase α ou bien de la phase β mais renforcent ces deux phases.

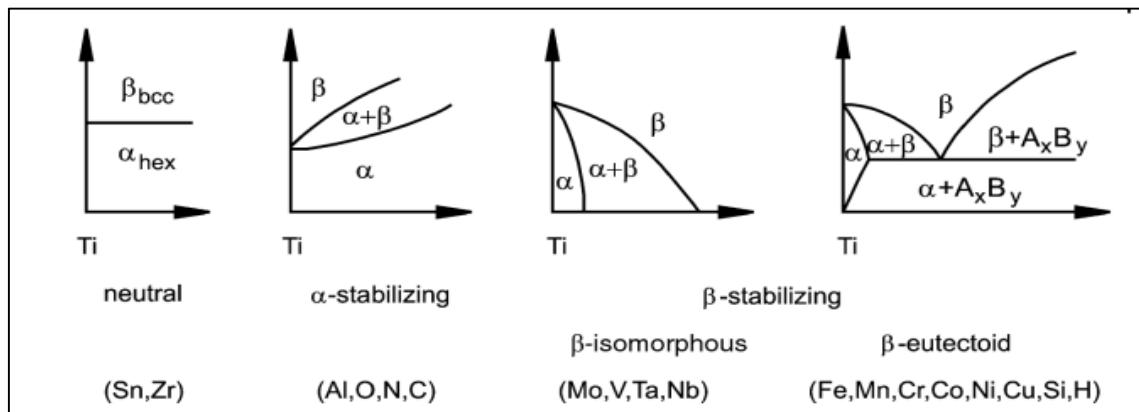


Figure 1.6 Schéma de l'influence des éléments d'alliage
Tiré de Leyens et Sons (2003, p. 9)

L'utilisation d'éléments d'alliage offre donc la possibilité de modifier les caractéristiques du titane et d'ainsi façonnner des alliages particulièrement adaptés aux besoins rencontrés.

1.4.3.2 Classification des alliages de titane

En pratique, le titane et ses alliages sont classés selon six catégories :

- Le titane non allié ;
- Les alliages α ;
- Les alliages quasi α ;
- Les alliages $\alpha+\beta$;
- Les alliages quasi β ;
- Les alliages β .

Chaque matériau présente des attributs spécifiques selon la catégorie à laquelle il appartient et la Figure 1.7 présente quelques-unes de ces caractéristiques selon le groupe d'alliage considéré. L'alliage de base, le Ti-6Al-4V, utilisé dans le présent mémoire, sert de référence aux classements des autres alliages sur cette figure. Les flèches indiquent le sens pour lequel les caractéristiques indiquées évoluent en fonction de la classe d'alliage de titane considérée.

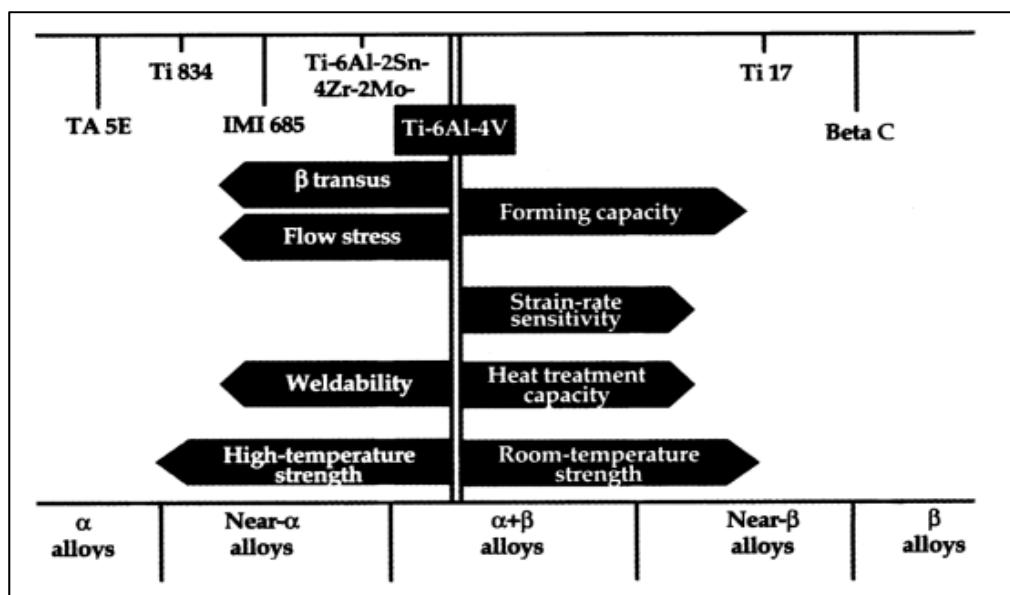


Figure 1.7 Principales caractéristiques des catégories d'alliage de titane
Tiré de Donachie (2000, p. 22)

1.4.4 Cas du Ti-6Al-4V

1.4.4.1 Composition et microstructures

Le Ti-6Al-4V (ou TA6V) est l'un des alliages de titane les plus couramment utilisé. C'est un alliage de type $\alpha+\beta$, composé de 6% en masse d'Aluminium, qui stabilise la phase α , et de 4% en masse de Vanadium, qui stabilise la phase β . Il est répandu dans de nombreuses applications aérospatiales, pour des réservoirs sous pression, des turbines à gaz, des pales de compresseurs mais aussi pour des implants médicaux. Le Ti-6Al-4V présente une combinaison sans égale à la fois de résistance mécanique et de ténacité couplées à une excellente résistance à la corrosion.

Selon les traitements thermomécaniques subis, le Ti-6Al-4V peut se retrouver sous de nombreuses microstructures avec à chaque fois différents arrangements des phases α et β . Trois types de traitements thermomécaniques peuvent se succéder pour obtenir une microstructure particulière : une déformation, une recristallisation et un recuit (Figure 1.8). Le but de la déformation est de déformer plastiquement les grains du matériau ce qui lui permet également d'emmagasiner de l'énergie grâce aux dislocations. Cette énergie sera alors utilisée lors de la recristallisation pour que des grains coalescent et apparaissent dans le matériau. Finalement, le recuit a pour objectif de libérer le matériau de toutes les contraintes qui peuvent subsister suite à ces traitements. La succession de ces différents traitements peut conduire à l'obtention de trois types de microstructures : la structure lamellaire, la structure équiaxe ou la structure bimodale (Henry, 1995).

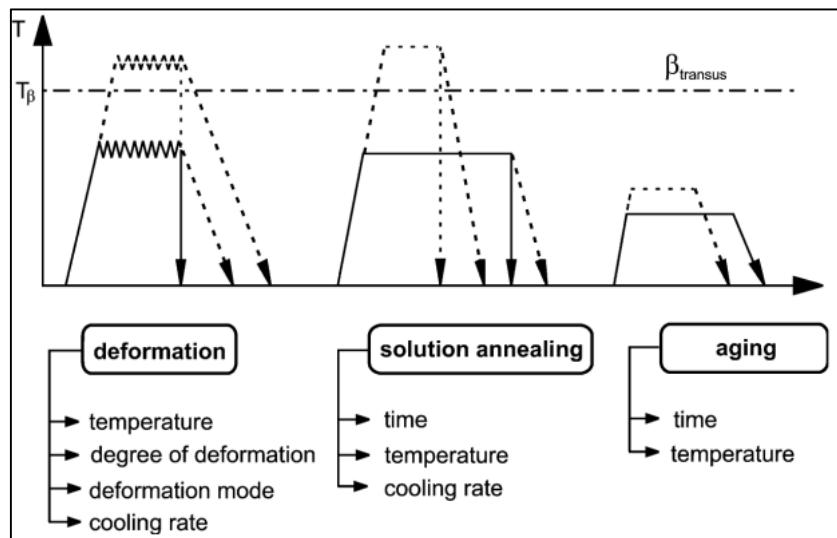


Figure 1.8 Traitements thermomécaniques typiques
des alliages de titane
Tiré de Leyens et Sons (2003, p. 13)

1.4.4.2 Structure lamellaire

La structure lamellaire du Ti-6Al-4V est obtenue après un refroidissement lent depuis une température supérieure au transus β (située aux alentours de 980°C). Ce refroidissement lent a pour effet la nucléation et la croissance de la phase α sous la forme de lamelle depuis les

joints de grain de β . La forme particulière de ces lamelles s'explique par la nucléation de la phase α qui s'effectue plus rapidement dans la direction parallèle aux plans denses de la phase β que dans la direction perpendiculaire à ces plans. La Figure 1.9 propose un schéma du processus de formation de ces structures lamellaires. La structure lamellaire obtenue après un refroidissement lent est relativement grossière. En revanche, un refroidissement plus rapide conduit à la formation d'une phase aciculaire qui est caractérisée par la présence d'aiguilles fines et allongées. Par ailleurs, des vitesses de refroidissement intermédiaires conduisent au développement de structures de Widmanstätten.

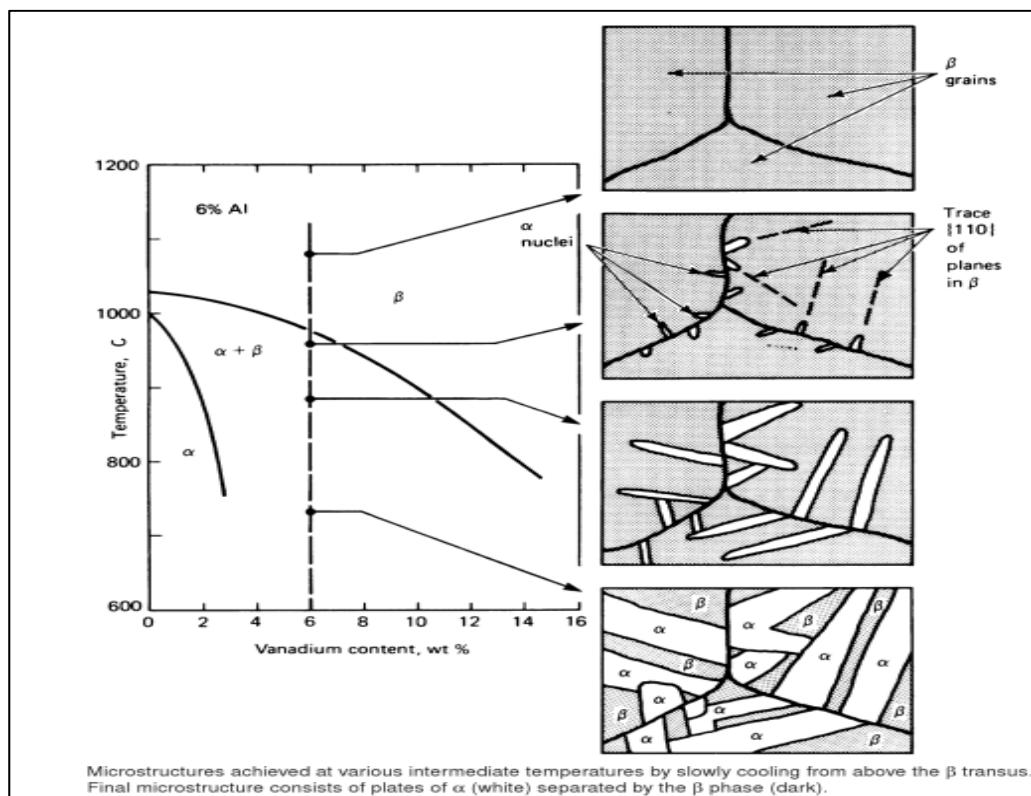


Figure 1.9 Schématisation du mécanisme des formation des structures lamellaires
Tiré de Donachie (2000, p. 22)

La forme et la taille des structures lamellaires obtenues dépendent à la fois de la température à laquelle le Ti-6Al-4V a été exposé et du refroidissement depuis cette température. La Figure 1.10 illustre présente les différentes microstructures observables selon la variation de

ces deux paramètres, avec des lamelles de formes fines et allongées plus le refroidissement est rapide.

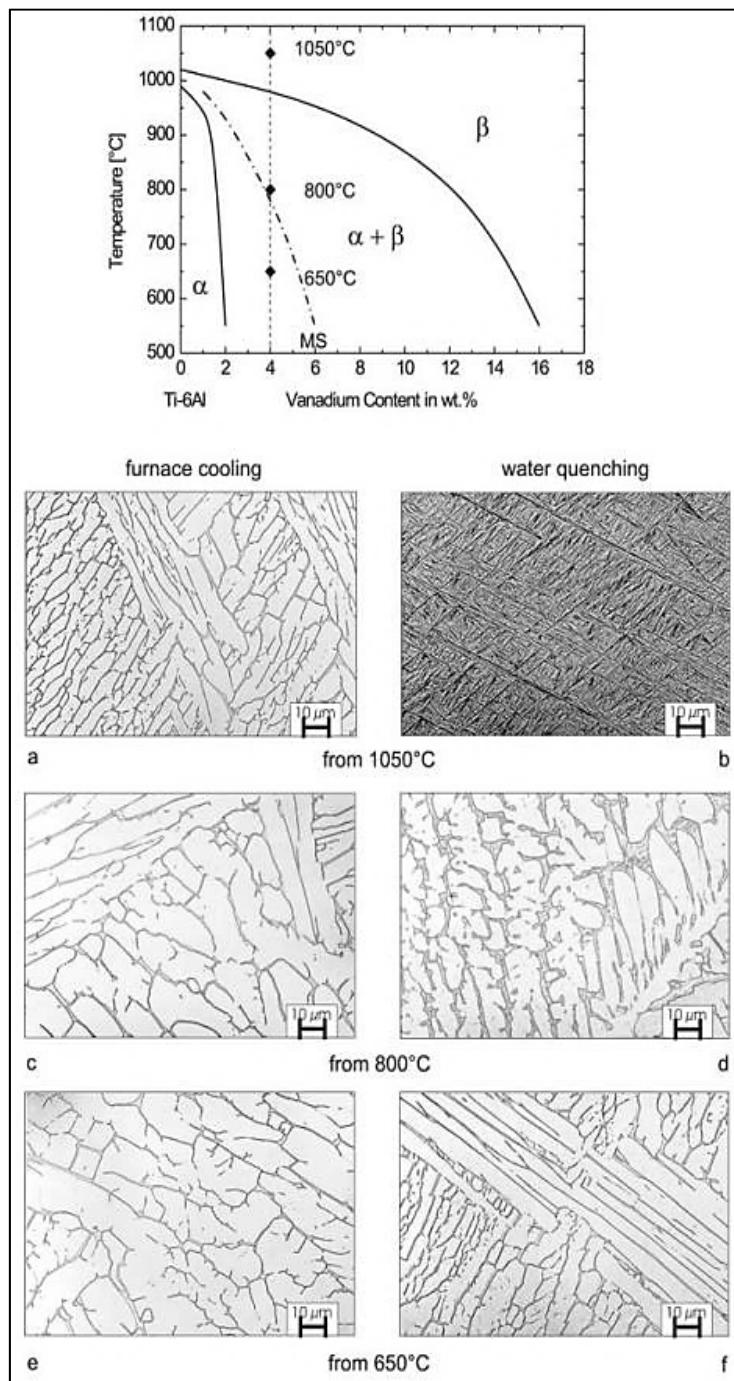


Figure 1.10 Différents types de lamelles du Ti-6Al-4V
Adapté de Donachie (2000, p. 23)

1.4.4.3 Structure bimodale

La structure bimodale, également appelée structure duplex, correspond à des grains α équiaxes contenus dans une structure lamellaire du Ti-6Al-4V. Une telle structure peut être observée sur la Figure 1.11.

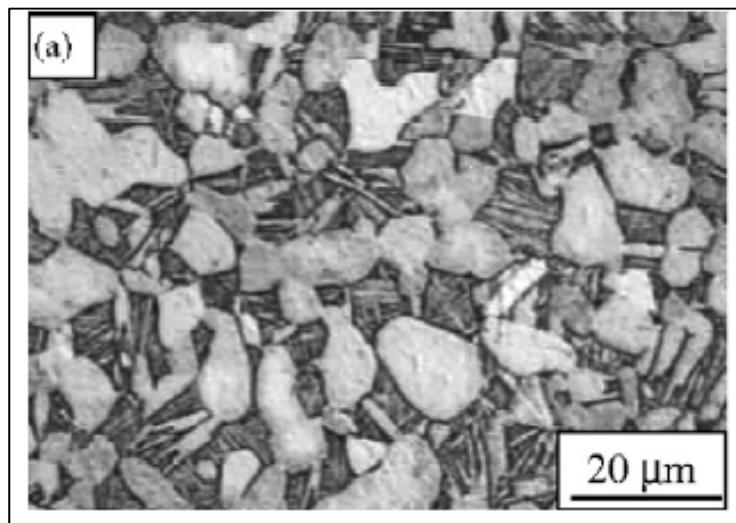


Figure 1.11 Structure bimodale du Ti-6Al-4V
Tiré de Yeom (2012)

Le processus d'obtention d'une telle microstructure est représentée schématiquement sur la Figure 1.12 et comprend 4 étapes : une homogénéisation au-dessus de la température de transus β , un traitement de déformation, une recristallisation et un recuit pour des températures où les phases α et β sont stables.

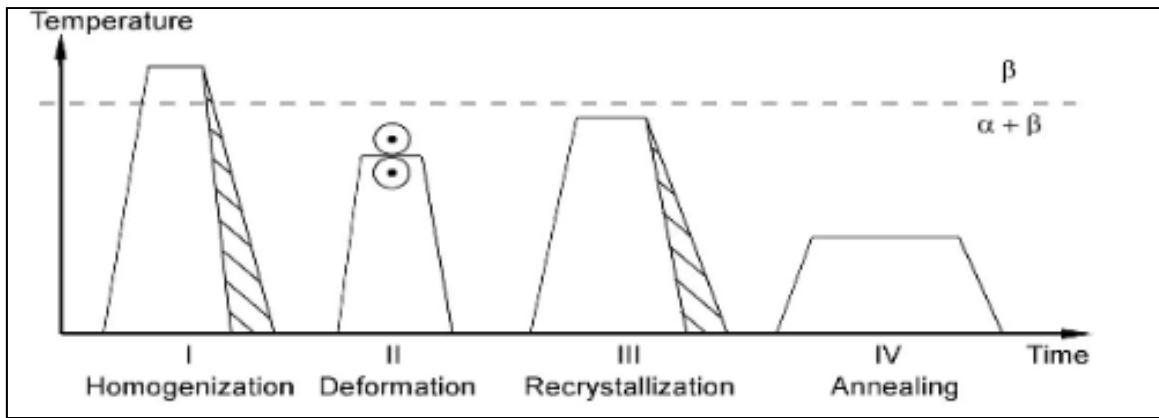


Figure 1.12 Schématisation des procédés thermomécaniques pour obtenir une structure bimodale du Ti-6Al-4V
Tiré de Lütjering (2007)

Suite à la déformation plastique, la recristallisation a pour but de faire apparaître à la fois des lamelles de la phase α et des grains α équiaxes dans une matrice de β . Le paramètre le plus critique pour l'obtention de cette microstructure est la température. La température influencera directement la quantité des phases α et β présentes et se situera donc en dessous de la température de transus β pour permettre la croissance de grains α équiaxes. Ces grains α équiaxes apparaissent aux points triples des grains β , c'est-à-dire aux points de rencontre de 3 grains β . Plus la température sera basse et plus la phase α sera présente ce qui donnera des grains β plus petits et donc davantage de points triples qui sont le siège de la croissance des grains équiaxes. Le refroidissement rapide en fin de recristallisation permettra quant à lui l'apparition de lamelles α dans la microstructure, selon le même procédé de coalescence décrit dans la section précédente. Suite au recuit, les lamelles et les grains α équiaxes seront observables dans une matrice comprenant la phase β .

1.4.4.4 Structure équiaxe

La troisième structure pouvant exister pour le Ti-6Al-4V est la structure équiaxe. Elle consiste en un mélange de grains α équiaxe dans une matrice de β (Figure 1.13), mais contrairement à la structure bimodale, sans lamelle α . Cette microstructure est le résultat de

traitements d'homogénéisation au-dessus de la température de transus β , puis de déformation, de recristallisation et de recuit en présence des phases α et β .

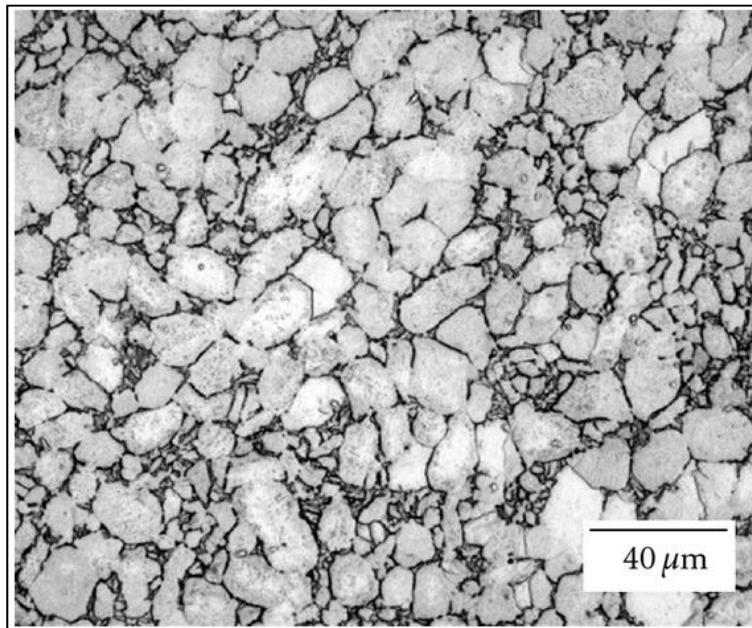


Figure 1.13 Structure équiaxe du Ti-6Al-4V
Tiré de Yeom (2012)

La vitesse de refroidissement lors de la recristallisation est le paramètre critique pour obtenir la structure équiaxe. Cette vitesse sera plus lente que pour la structure bimodale, ce qui permettra la croissance de grains α à la fois dans la direction perpendiculaire aux joints de grain β mais également dans la direction parallèle à ces joints. Ceci conduira à une coalescence de la phase α dans les deux directions lors du refroidissement et mènera finalement à la forme équiaxe de ces grains.

1.4.4.5 Microstructure et propriétés mécaniques

La nature de la microstructure du Ti-6Al-4V a une forte influence sur le comportement mécanique de l'alliage. Ainsi, les structures fines auront tendance à augmenter la résistance mécanique de même que la ductilité et les propriétés en fatigue. Elles permettent également

de retarder l'amorce de fissures au sein du matériau. Les structures plus grossières affichent quant à elles de meilleures propriétés en fluage et retardent la croissance de fissures.

Les structures équiaxes présentent une grande ductilité et une résistance à la fatigue supérieures aux structures lamellaires. Les structures lamellaires ont quant à elles l'avantage d'avoir une forte ténacité et une meilleure résistance au fluage et à la propagation de fissures (Leyens et Sons, 2003). Les structures bimodales ont la réputation de présenter un bon compromis entre ces textures. C'est donc en partie les propriétés mécaniques souhaitées qui guideront et orienteront le choix d'une microstructure en particulier.

1.5 Le brasage du titane

Le titane et ses alliages sont des métaux très réactifs à l'oxygène et forment également des composés intermétalliques fragiles avec des gaz comme l'hydrogène et le nitrogène mais aussi avec d'autres matériaux. C'est pour ces raisons que le brasage du titane requiert de nombreuses précautions et une grande rigueur, tant en amont, dans le choix des alliages de brasage, que dans la manipulation et la partie expérimentale du procédé.

1.5.1 Le brasage du titane en général

Au stade précoce du brasage du titane, des métaux d'apport à base d'argent, alliés à du lithium, du cuivre ou de l'aluminium étaient employés. Ces métaux formaient néanmoins des composés intermétalliques fragiles qui entraînaient à terme de la corrosion caverneuse dans le joint. De tels métaux d'apport étaient utilisés pour des applications à basse température, typiquement comprise entre 540 et 595°C. Les récentes avancées des connaissances sur le brasage ont permis de mettre au point des alliages de brasage pouvant être exposés à des températures bien supérieures, comprises entre 870°C et 925°C. Ces alliages ont été développés commercialement et comprennent les systèmes Ag-Pd, Ti-Ni, Ti-Ni-Cu, Ti-Zr-Be et Ti-Zr-Cu-Ni. Pour des applications nécessitant une grande résistance mécanique combinée à une bonne résistance à la corrosion, les alliages Ti-Zr-Be et Ti-Zr-Ni-Be sont très adaptés et utilisables pour des températures allant de 540 à 595°C. Des travaux de recherches ont

démontré que les alliages de brasage de type Ti-Zr-Cu-Ni, utilisés pour braser le titane commercialement pur et le Ti-6Al-4V, ont conduit à des résultats mécaniques extrêmement intéressants. En effet, suite à des essais de traction et de corrosion menés, les joints brasés avec le Ti-6Al-4V comme métal de base présentaient des caractéristiques très similaires à ce matériau, ce qui n'a pas pu être observé avec le titane commercialement pur comme métal de base (American Welding Society, 2007).

L'alliage Ti-20Zr-20Ni-20Cu fait partie de cette catégorie d'alliages intéressants et sera le métal d'apport retenu tout au long des expériences pour le brasage du Ti-6Al-4V.

1.5.2 Brasage du Ti-6Al-4V par le Ti-20Zr-20Ni-20Cu

L'alliage de brasage Ti-20Zr-20Ni-20Cu possède une température de solidus de 848°C et sa température de liquidus est de 856°C. Les éléments nickel, cuivre et zirconium abaissent les températures de solidification et de fusion de ce composé. La présence des différents éléments, en pourcentages massique et atomique, est indiquée dans le Tableau 1.3.

Tableau 1.3 Composition du Ti-20Zr-20Ni-20Cu

	Ti	Zr	Cu	Ni
Composition massique du Ti-20Zr-20Ni-20Cu (en %)	40	20	20	20
Composition atomique du Ti-20Zr-20Ni-20Cu (en %)	48.9	12.8	18.4	19.9

Lorsque le Ti-6Al-4V est brasé avec le Ti-20Zr-20Ni-20Cu, les joints produits présentent en particulier des caractéristiques de haute résistance à température ambiante, de bonne résistance à haute température, d'une bonne résistance à la corrosion et d'une température de brasage qualifiée de moyenne (Shapiro et Rabinkin, 2003).

Le Ti-20Zr-20Ni-20Cu utilisé se présente sous deux formes : sous la forme de pâte et sous la forme de feuillard de 50µm d'épaisseur.

1.5.2.1 Microstructure des joints brasés

Malgré le fait que le brasage du Ti-6Al-4V par le Ti-20Zr-20Ni-20Cu reste relativement méconnu, certaines expériences pratiques ont permis de mettre en avant l'importance des paramètres de brasage sur la qualité des joints produits (Ganjeh et al., 2012). C'est ainsi qu'en faisant varier le temps et la température de brasage, certaines microstructures très caractéristiques ont pu être observées et analysées. La Figure 1.14 représente les différentes microstructures après le brasage du Ti-6Al-4V à une température de 950°C et pour des durées allant de 10 à 30 minutes.

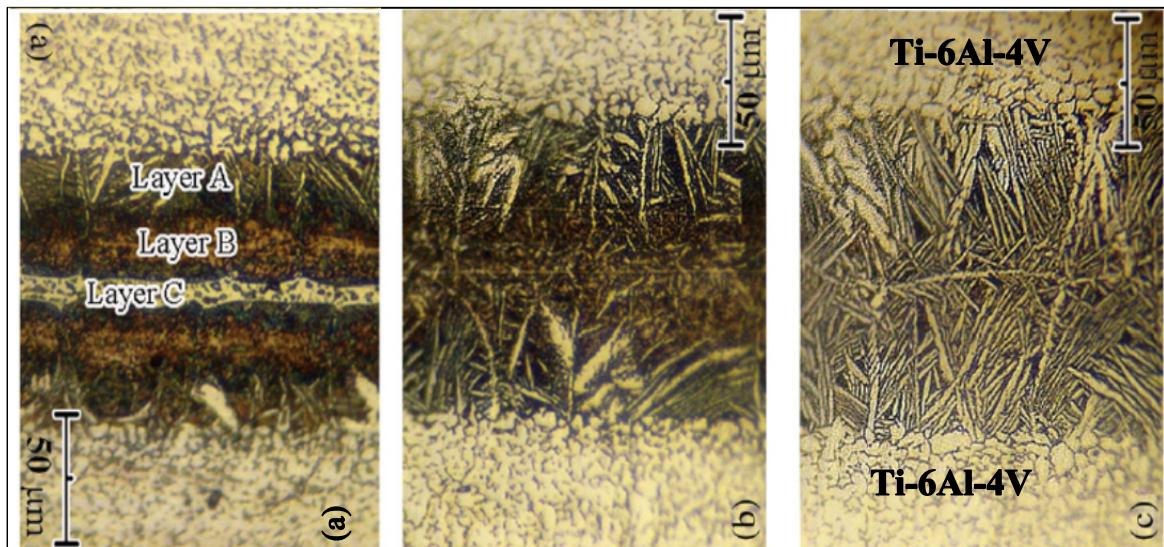


Figure 1.14 Microstructures de joints de Ti-6Al-4V brasés à 950°C avec le Ti-20Zr-20Ni-20Cu pendant (a) 10, (b) 20, et (c) 30 minutes.
Tiré de Ganjeh et al. (2012)

Selon les durées de brasage employées, différentes zones du joint apparaissent et c'est ainsi que 4 parties observées sur la Figure 1.14 (a) : trois des quatre zones sont repérées par les étiquettes « Layer A », « Layer B » et « Layer C », la quatrième zone étant le Ti-6Al-4V. La couche A correspond à des lamelles de phase α . En effet, lors du brasage, les atomes de cuivre, nickel et zirconium, provenant du métal d'apport, diffusent vers la structure équiaxe originelle du Ti-6Al-4V. Ces éléments étant β -stabilisant, la microstructure se transforme vers davantage de phase β . Néanmoins, lors du refroidissement depuis la température de

brasage, les grains α coalescent depuis les joints de grain β , cette phase β étant moins stable à basse température. Finalement, ces lamelles se développent sur une certaine couche et selon une certaine épaisseur en fonction de la durée de brasage et du refroidissement appliqués. Il en résulte des lamelles plus ou moins fines et allongées dans une matrice de β .

La couche B correspond à une couche d'interdiffusion. La diffusion des éléments d'apport vers le métal de base tend à stabiliser la phase β du Ti-6Al-4V. Cependant, la diffusion des éléments de base vers le métal d'apport a également une influence et le résultat de ces différentes migrations peut être observé sur cette épaisseur de couche B. Il n'est pas possible d'affirmer avec certitude qu'il s'agit uniquement de la phase β du Ti-6Al-4V car certains composés intermétalliques, comme le $(\text{Ti},\text{Zr})_2\text{Cu}$ ou le Ti_2Ni , ont été identifiés dans cette zone. Elle correspond finalement à une couche hybride résultant des différentes réactions liées à la diffusion des atomes du métal d'apport vers le métal de base, et réciproquement.

La couche C quant à elle correspond au métal d'apport. Certes la diffusion lors du brasage a quelque peu modifié sa composition chimique mais elle reste très similaire à sa composition originelle. Ainsi, le cuivre, le zirconium et le nickel s'y retrouvent en quantité moins importante qu'initialement, à savoir 20% pour chacun des trois éléments.

1.5.2.2 Microstructure et propriétés mécaniques

Selon le temps de brasage employé, la microstructure des joints brasés évolue. Sur la Figure 1.14 il est ainsi possible de distinguer qu'avec l'augmentation de la durée, le métal d'apport, puis la couche d'interdiffusion disparaissent, au contraire de la couche de lamelles qui se développent dans le joint. De nombreux travaux (Chang et al., 2006; Chang et al., 2007; Ganjeh et al., 2012; Hong et Koo, 2006; Shiue et al., 2008) ont été menés pour quantifier l'influence de la durée de brasage sur la résistance mécanique des joints afin d'identifier la microstructure présentant les meilleures caractéristiques. La Figure 1.15 présente les résultats d'essais de traction menés sur les joints brasés à 950°C, selon des durées de 600, 1200 et 1800 secondes, et dont les microographies correspondent à la Figure 1.14.

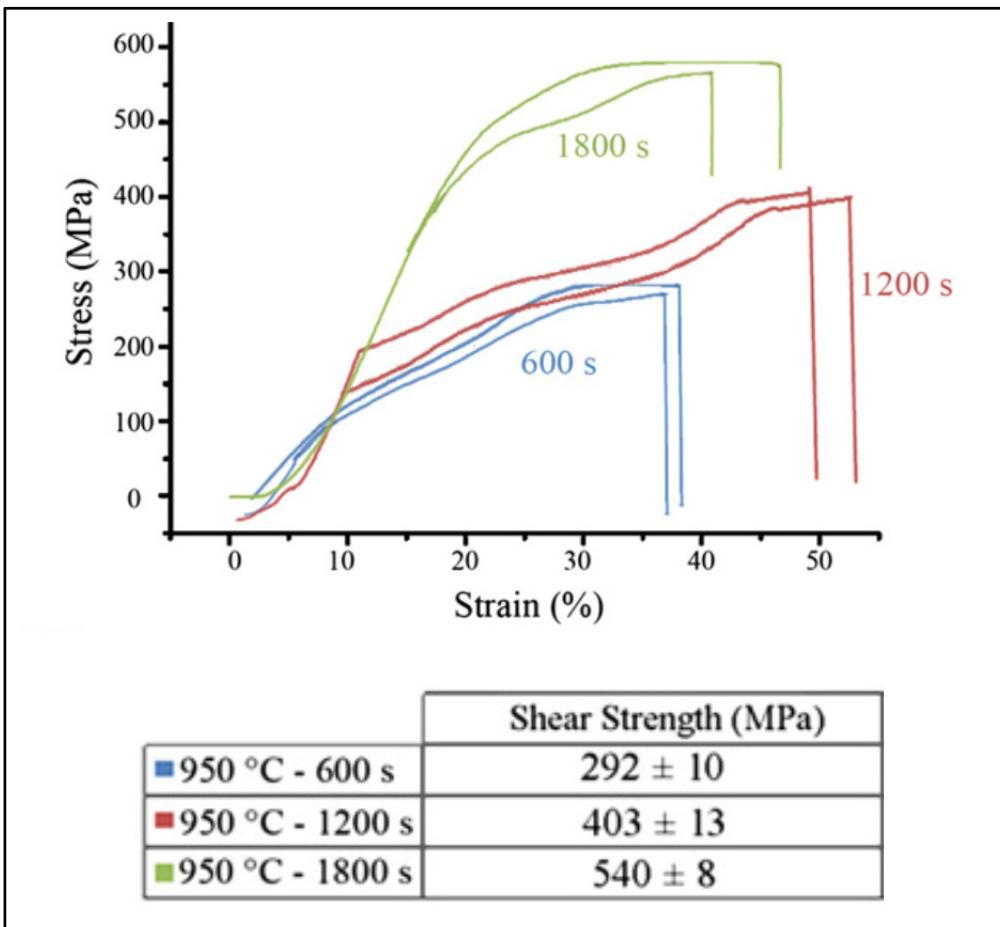


Figure 1.15 Courbes et résultats de contrainte en fonction de la déformation de joints brasés 600, 1200 et 1800 s
 Tiré de Ganjeh et al. (2012)

Les résultats présentés sur cette figure sont éloquents et mettent en avant l'importance de l'augmentation du temps de brasage sur la résistance à la rupture des joints. Ainsi, en passant successivement de 600 à 1200 et à 1800 secondes, la résistance augmente de 292, à 403 pour finalement atteindre un maximum de 540 MPa. Ces valeurs sont directement liées aux microstructures présentes dans le joint : de cette façon, lorsque le métal d'apport est encore visible, la résistance à la rupture est la plus faible. Celle-ci augmente alors lorsque seules les couches d'interdiffusion et de lamelles sont présentes dans le joint et le maximum est atteint quand uniquement les lamelles apparaissent au cœur du joint. Ces résultats en particulier, mais aussi l'ensemble des publications citées précédemment, démontrent l'importance

d'avoir une microstructure de type lamellaire au centre des joints afin d'obtenir un assemblage présentant les meilleures caractéristiques de résistance. C'est donc précisément cette microstructure que l'on cherchera à développer dans les joints brasés au travers d'essais menés à 870, 875 et 900°C selon des durées s'échelonnant de 300 à 4800 secondes, soit de 5 à 80 minutes.

CHAPITRE 2

MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

2.1 Principes des essais

2.1.1 Variation de la température de brasage

L'étude du brasage du Ti-6Al-4V par le Ti-20Zr-20Ni-20Cu s'inscrit dans le cadre d'un projet de recherche en collaboration avec l'entreprise Turboméca Canada. Dans une perspective d'utilisation industrielle ultérieure, il a été décidé que la température de brasage maximale utilisée serait limitée à 900°C. Cette température est à la fois inférieure à la température de transus β du Ti-6Al-4V (990°C) et n'entraîne pas un grossissement de la taille des grains du métal de base. Elle est suffisante pour pouvoir dépasser le liquidus du Ti-20Zr-20Ni-20Cu (856°C) et permettre une bonne mouillabilité.

Dans le cadre de cette étude, deux autres températures de brasage à 870 et à 875°C seront testées. Inférieures de 25 et 30°C, elles permettront éventuellement d'illustrer certaines différences en termes de microstructures et mettront en avant l'influence de la température dans le cas de cette opération de brasage.

2.1.2 Variation du temps de brasage

Le brasage du Ti-6Al-4V avec le Ti-20Zr-20Ni-20Cu reste encore très expérimental et peu d'information sont disponibles sur les conditions de brasage optimales. Au-delà des questions sur le cycle thermique à utiliser, ou de la préparation des pièces en amont, le temps de brasage reste un paramètre sur lequel il est possible de jouer.

Le temps et la température sont deux paramètres indépendants et l'on cherchera à déterminer leur meilleure combinaison conduisant à la création de la microstructure en lamelles fines dans le joint.

Afin de déterminer la durée de brasage la plus adéquate pour des températures de 870, 875 et 900°C, des essais seront effectués pendant 5, 10, 20, 40 et 80 minutes. L'observation de

chacun des joints brasés fournira des informations sur l'évolution en fonction du temps de certaines caractéristiques des joints. On s'intéressera en particulier :

- A la nature des microstructures en présence et à leurs différentes épaisseurs ;
- A la contamination éventuelle des joints ;
- A l'érosion du métal de base ;
- Aux rayons de raccordement (représentés sur la Figure 2.2) ;
- A la perpendicularité du T brasé (Figure 2.3).

2.2 Brasage de joint en T

2.2.1 Description

De nombreuses formes géométriques peuvent être brasées. On recense des joints à recouvrement, des assemblages brasés bout à bout ou encore les joints brasés en « T ». Dans le cas de cette étude et pour pouvoir se rapprocher des applications industrielles possibles, l'assemblage des plaques de Ti-6Al-4V se fera sous la forme d'un joint en T. La Figure 2.1 représente un joint brasé en T et permet d'identifier les 3 éléments principaux le constituant : la plaque horizontal, qui sert de support, la plaque vertical venant s'appuyer dessus et le métal d'apport qui se trouve entre ces deux plaques.

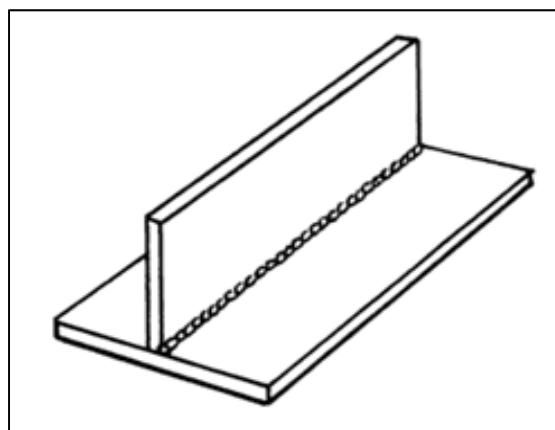


Figure 2.1 Représentation d'un joint brasé en T
Tiré de Finch (2007)

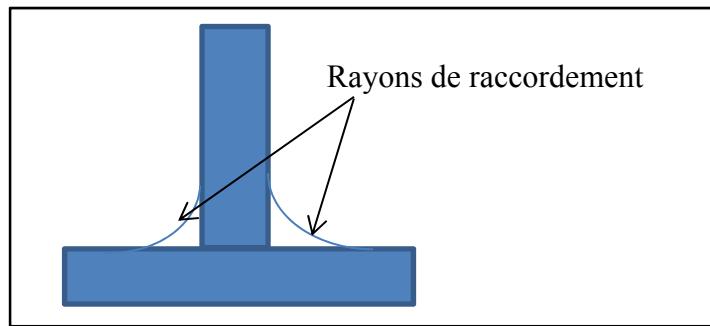


Figure 2.2 Illustration des joints de raccordement d'un joint en T

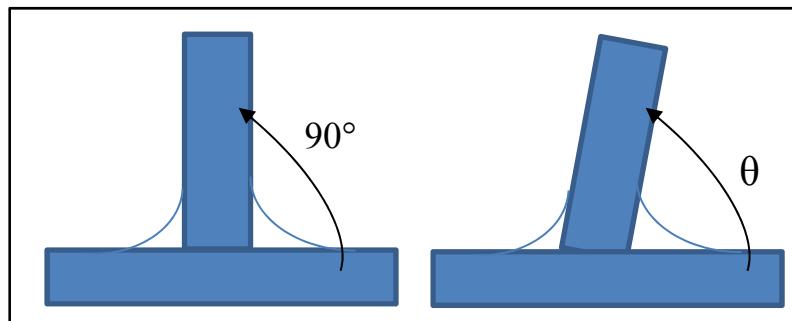


Figure 2.3 Illustration d'un joint perpendiculaire et d'un joint présentant un défaut de perpendicularité

2.2.2 Préparation des joints pour le brasage

Les plaques de Ti-6Al-4V disponibles sont brutes de laminage et découpées aux dimensions 50,8x25,4x1,016 mm. La première étape consiste en un polissage mécanique des surfaces qui seront mouillées pendant le brasage. Le polissage est effectué à l'aide d'une polisseuse mécanique, en commençant par du papier 240 pour finir avec du 1200, en passant par du 320, du 400, du 600 et du 800 grain. Cette étape de polissage a un rôle extrêmement important car elle permet à la fois d'éliminer tout résidu étranger du métal de base, d'éliminer certains oxydes qui se sont créés au contact de l'air et, finalement, d'améliorer l'état de surface pour faciliter le mouillage et la capillarité du métal d'apport une fois sous forme liquide.

Afin de n'avoir besoin d'aucun dispositif pour faire tenir la plaque verticale du joint, celle-ci sera coupée en deux dans le sens de la longueur puis pliée selon un angle de 60° afin qu'elle puisse reposer sur la plaque horizontale, comme représenté sur la Figure 2.4.

Finalement, les plaques horizontale et verticale sont plongées dans un bécher rempli d'acétone et subissent un nettoyage aux ultrasons de 15 minutes juste avant d'être mises en place dans le four pour le brasage. Cette étape permet d'éliminer tout type de contaminant pouvant s'être placé sur les plaques après leur polissage et clos ainsi la séquence de préparation.

2.2.3 Assemblage des éléments à braser

L'assemblage des plaques pour leur insertion dans le four est facilité par leur géométrie : la plaque horizontale sert de support à la plaque verticale qui reste en position grâce à sa forme pliée. Le métal d'apport, le Ti-20Zr-20Ni-20Cu, utilisé se présente sous deux formes : une pâte et un feuillard de 50µm d'épaisseur. Malgré la différence de forme, l'assemblage est relativement similaire dans les deux cas. Ainsi, dans le cas du feuillard, ce dernier est découpé selon des dimensions d'environ 45x20 mm afin de reposer sur la plaque horizontale et en dessous de la plaque verticale pliée. La Figure 2.4 schématise un tel assemblage.

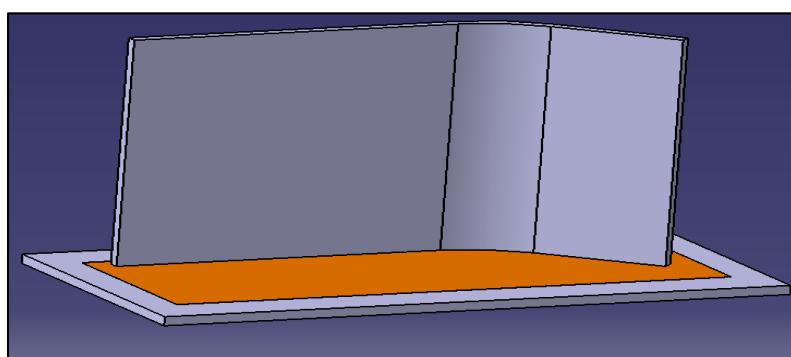


Figure 2.4 Assemblage dans le cas du feuillard

Dans le cas de la pâte, une quantité d'environ 0,15 g de pâte, mesurée à l'aide d'une balance, est étalée manuellement de façon homogène le long des plaques à assembler, puis la plaque verticale est déposée sur la pâte pour terminer l'assemblage.

Dans les deux cas de métal d'apport, l'ensemble plaques+brasure est disposé sur une pièce en carbure de silicium qui sert de support dans le four pour éviter toute contamination de ses parois. Lorsque l'assemblage est complété, l'ensemble est introduit dans le four par l'extrémité libre et poussé manuellement jusqu'au centre du four, où se trouve la zone chaude. Le four utilisé est le modèle 54233 du Blue M 1500°C Heavy Duty Tube Furnace de marque Lindberg. La Figure 2.5 le représente, avec la zone chaude au centre et l'extrémité droite permettant l'insertion des pièces.



Figure 2.5 Four de brasage utilisé

2.2.4 Cycle thermique

Le cycle thermique désiré est schématisé sur la Figure 2.6. La première partie correspond au chauffage, avec une rampe linéaire, jusqu'à la température de brasage. Puis la température est maintenue pendant la durée de brasage définie et le refroidissement correspond à la dernière étape avant de retirer les joints du four.

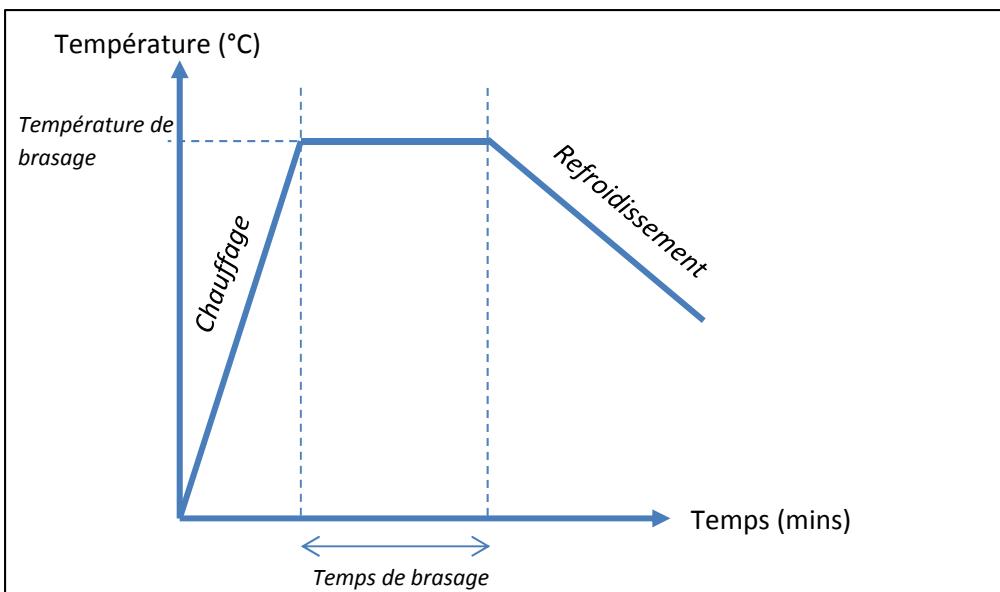


Figure 2.6 Représentation d'un cycle thermique classique

Dans notre cas, des essais de calibration ont été effectués pour permettre d'obtenir le cycle désiré. Pour cela, le chauffage a été réglé à 20°C/min jusqu'à 400°C suivi d'une rampe à 10°C/min jusqu'à 900°C pour permettre une approche précise de la température désirée sans risquer de la dépasser. La température a été ensuite maintenue à cette température pendant 80 minutes avant le refroidissement dans le four, pour lequel on coupe toute source de chaleur. La Figure 2.7 représente à la fois le cycle thermique commandé et la température mesurée par un thermocouple placé dans le four.

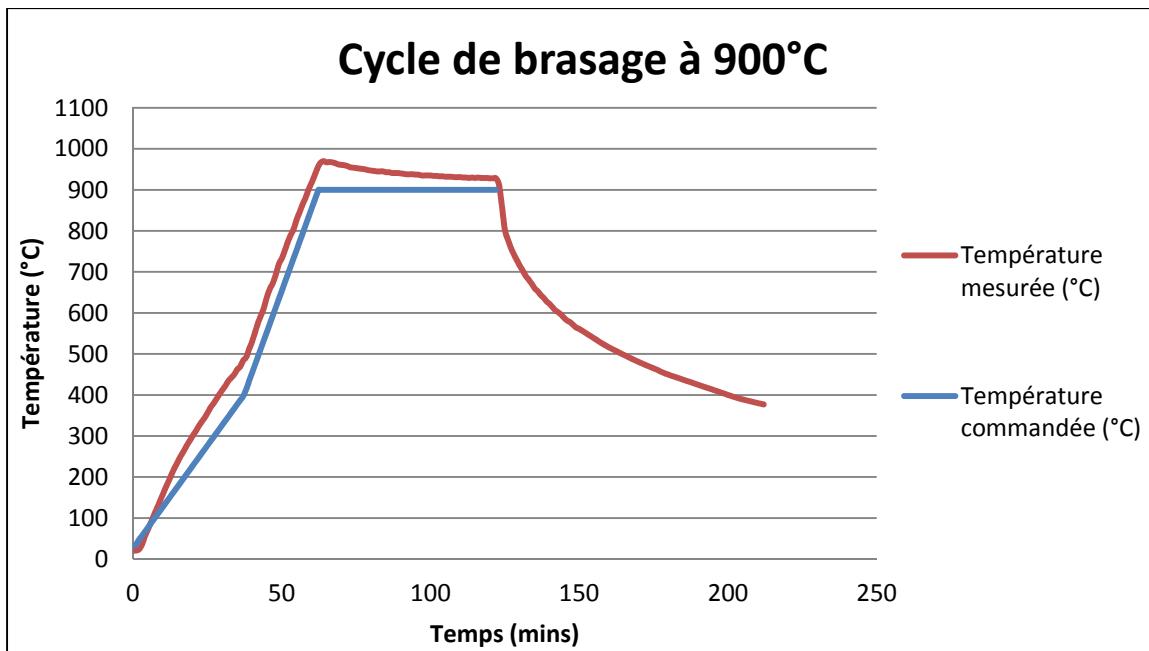


Figure 2.7 Cycle thermique initial à 900°C

La température effective sur l'échantillon est légèrement supérieure à la température de consigne sur le contrôleur du four. Cette différence est de l'ordre de 60°C à la fin de la période de chauffe puis la température diminue alors faiblement pour tendre vers 915°C à la fin de la période de maintien. Cette tendance n'est pas désirée pour deux raisons :

1. Il y a d'une part un fort dépassement de la température désirée.
2. D'autre part, la température ne se stabilise pas rapidement et décroît tout au long du palier de consigne à 900°C.

Pour remédier à ces deux problèmes, deux solutions efficaces ont été proposées :

1. Afin de limiter le dépassement de la température en fin de chauffage, un palier de 15 minutes a été introduit à 760°C. Au début de ce palier, la température réelle monte bien au-dessus de cette consigne, aux alentours de 820°C, or il est important de ne pas dépasser 856°C qui est la température de liquidus du métal d'apport car cela déclencherait le début du brasage et le métal d'apport commencerait alors à mouiller le métal de base. Ce palier permet d'homogénéiser la température à l'intérieur du four. De plus, le chauffage a été limité à des rampes de 5°C/min aux alentours de

760°C et de la température maximale de maintien afin de limiter tout dépassement de la consigne.

2. Pour stabiliser la température de brasage lors du maintien pendant les durées de brasage variant de 5 à 80 minutes, la commande de maintien s'est transformée en une rampe de chauffage de 0,3°C/min. Cette faible rampe permet finalement de compenser la diminution de la température et de la maintenir à $\pm 3^\circ\text{C}$ pendant les durées désirées.

La Figure 2.8 représente le cycle thermique finalement commandé pour le brasage à 900°C, avec la variation de la température réelle mesurée en fonction du temps.

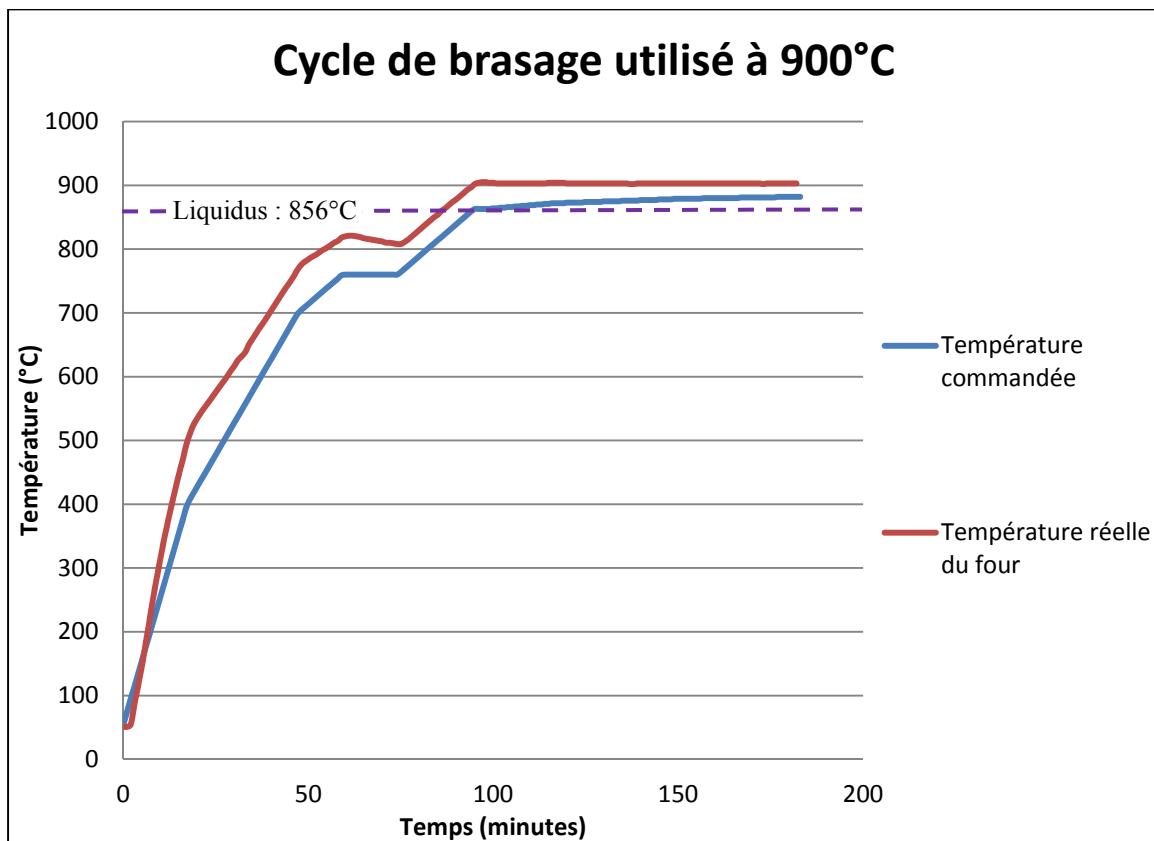


Figure 2.8 Cycle de brasage effectivement utilisé à 900°C

Les mêmes solutions ont été utilisées pour définir le cycle de brasage à 870°C, avec cette fois une température cible finale de 843°C, correspondant à 870°C à l'intérieur du four. La Figure 2.9 présente ce cycle en fonction du temps.

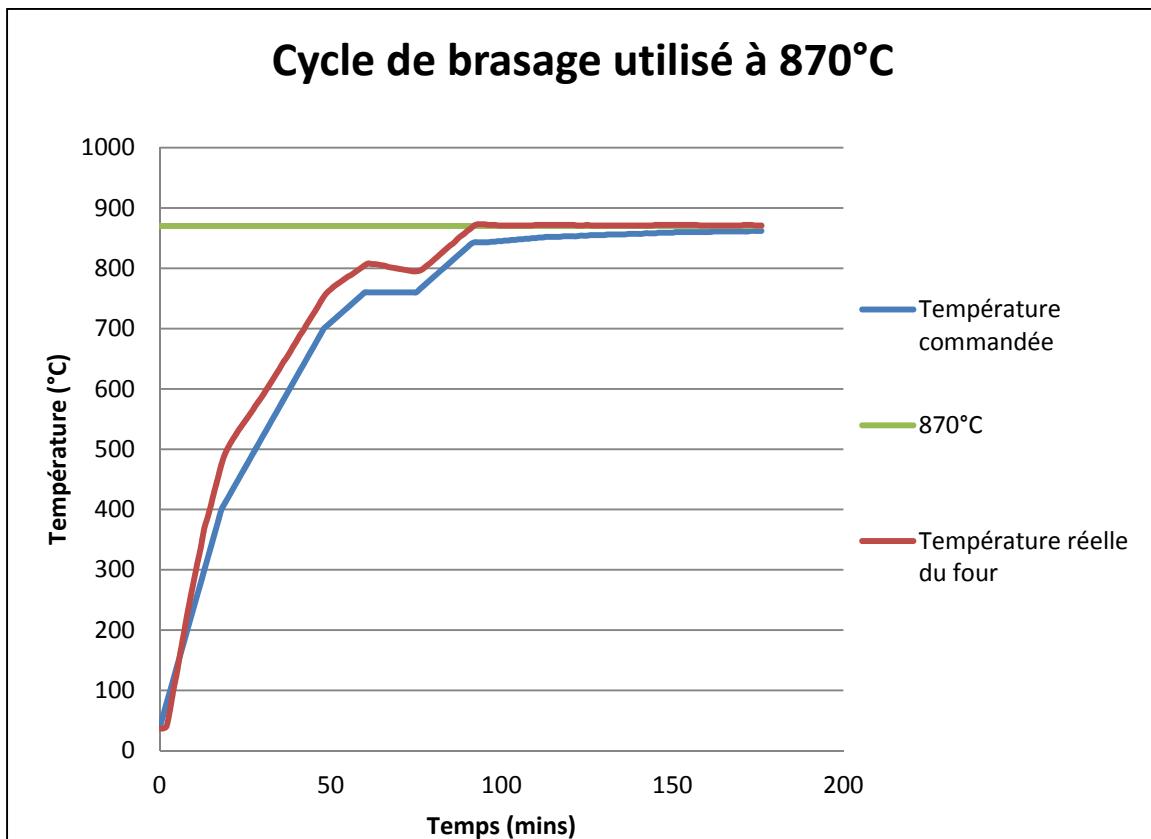


Figure 2.9 Cycle de brasage utilisé à 870°C

2.2.5 Atmosphère de brasage

Pour le brasage du Ti-6Al-4V, et du titane en général, l'atmosphère de brasage en présence est un paramètre qu'il est essentiel de maîtriser pour éviter toute contamination de ce matériau très réactif. Conformément aux recommandations, le brasage est effectué selon un niveau de vide égal à 10^{-5} mbar grâce à la pompe Diffstak 160/700M de la marque Edwards. Celle-ci est placée à une des extrémités du four et on peut l'apercevoir sur la Figure 2.10.



Figure 2.10 Four de brasage utilisé avec la pompe à vide branchée sur l'extrémité gauche

Si la qualité du vide n'est pas suffisante, les joints brasés ressortent contaminés et présentent alors une coloration brune caractéristique de l'oxydation comme le montre la Figure 2.11.

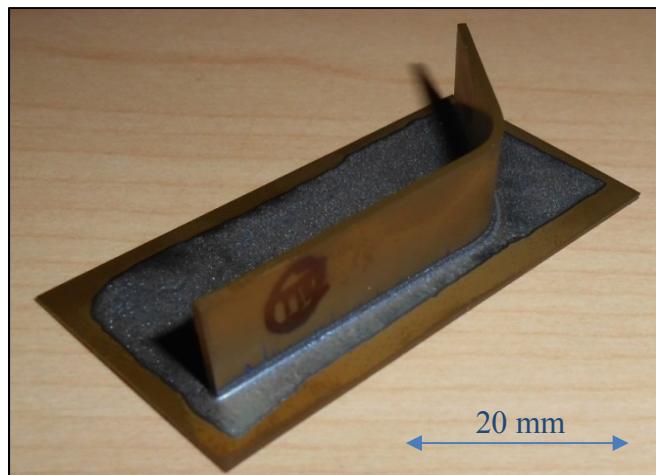


Figure 2.11 Photo d'un joint oxydé après brasage

Il est donc bien important de nettoyer le four pour retirer tous les résidus, poussières ou graisse pouvant s'y trouver et résultant d'applications antérieures. De plus, de l'Argon d'un niveau de pureté de 99.999% est utilisé pour purger le four avant toutes les opérations afin de minimiser le risque de contamination. La purge s'effectue lorsque les pièces sont en place dans le four et que ce dernier est fermé à ses deux extrémités : l'Argon remplit le four pendant quelques secondes. Suite à cette première purge, la pompe est activée et crée un vide, libérant le four du gaz. Ces opérations sont répétées deux fois avant de lancer le cycle de brasage. Cette solution de nettoyage et purge du four à l'Argon s'est avérée particulièrement efficace, comme en témoigne l'absence de contamination des joints après brasage, comme illustré sur la Figure 2.12.

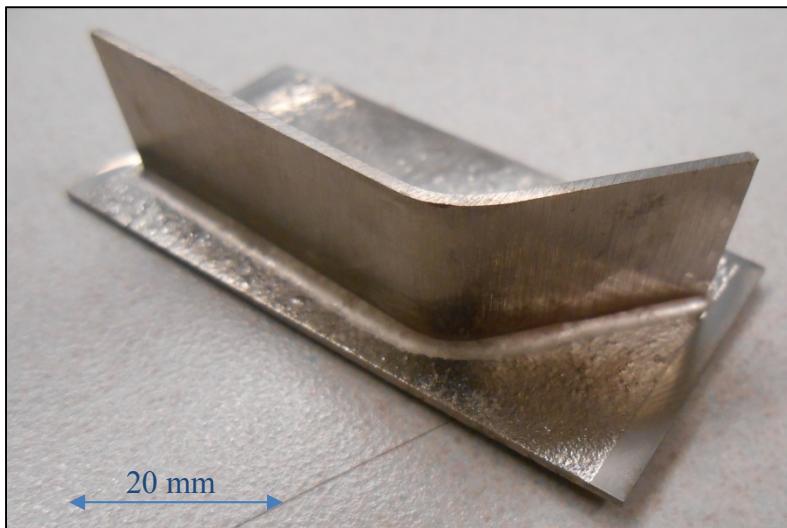


Figure 2.12 Photographie d'un joint brasé non oxydé

2.3 Analyse des joints brasés

2.3.1 Inspection visuelle

Comme en témoigne la contamination ou non des joints brasés, l'aspect extérieur est un précieux indicateur de leur qualité. Un changement de coloration vers des tons bruns indique alors une contamination. De nombreux autres éléments sont à surveiller et fournissent autant

d'indices sur la qualité des joints. Ainsi il est intéressant de concentrer son attention sur la présence, ou non, de fissures, ou de microfissures, au niveau du raccordement du joint. De plus, étant donné les températures élevées auxquelles les essais sont effectués, le Ti-6Al-4V devient très ductile et facilement déformable et il peut advenir que les plaques, d'épaisseurs fines, se déforment légèrement sous leur propre poids avec l'augmentation de la température. On perd ainsi la géométrie originelle et les plaques peuvent alors se retrouver incurvées.

En inspectant le raccordement du joint il est possible de déceler si le brasage est homogène ou non. Sur toute la longueur du joint il peut y avoir des variations de la quantité de métal d'apport, et certaines zones peuvent en présenter en excès, ou au contraire en défaut. Enfin, l'étalement du métal d'apport est un indice pouvant illustrer une bonne mouillabilité ou un bon remplissage du jeu de brasage initial.

2.3.2 Microscopie optique

2.3.2.1 Préparation des échantillons

Dans le but d'observer les microstructures au microscope optique, puis au microscope électronique à balayage (MEB), les joints brasés passent en amont par une série d'étapes préparatoires. La première d'entre elles est le découpage du joint dans le sens de la longueur afin d'obtenir de petites parties du joint. Cette étape est réalisée à l'aide d'une micro-tronçonneuse de précision « PICO 150 » et permet d'obtenir plusieurs sections d'un même joint mais à des positions différentes. Un soin particulier est apporté pour éviter de détériorer le joint pendant la coupe en adoptant de faibles vitesses et en limitant les vibrations.

L'enrobage est la seconde étape et est réalisé grâce à une presse « STRUERS CitroPress-20 » qui fournit des échantillons du joint brasé enrobé dans une résine époxy.

S'ensuit l'étape de polissage des échantillons enrobés. Ils seront successivement passés aux papiers de carbure de silicium de grains 400, 600, 800 et 1200. Il est possible d'utiliser ou

bien une polisseuse automatique ou une polisseuse manuelle. Dans chaque cas, les échantillons sont polis de 30 à 60 secondes environ sur chacun des différents papiers.

Finalement, pour révéler les différents composants du joint, les échantillons subissent une attaque chimique par le réactif dit de « Kroll ». Il est composé de 1.5 mL de HF, 4 mL de HNO₃ et de 94 mL de H₂O. L'immersion dans la solution se fait pendant environ 10 secondes avant que l'échantillon soit rincé à l'eau et séché rapidement après.

2.3.2.2 Observation des joints

La préparation des échantillons permet de révéler les différentes parties du joint et il est ainsi possible de les identifier et de les quantifier. Un microscope optique « Leica-DMLM », équipé d'une caméra « Clemex » et du logiciel associé « Clemex Captiva » ont été utilisés pour déterminer les longueurs et épaisseurs des différentes zones caractéristiques présentes dans le joint, comme l'épaisseur occupées par les lamelles, l'épaisseur de métal d'apport restant après le traitement ou encore la taille de la zone d'interdiffusion.

Les rayons de raccordement de part et d'autre de la plaque verticale du joint en T seront aussi mesurés ; de même que l'angle entre les deux plaques de Ti-6Al-4V, supposé être de 90°, afin de vérifier leur perpendicularité. Enfin, et d'une manière plus générale, l'observation au microscope optique permettra de déceler certains défauts comme la présence de fissures ou de porosités dans les joints (Rokvam, 2011).

2.3.3 Microscopie électronique à balayage

L'utilisation au Microscope Électronique à Balayage (MEB) des joints brasés est principalement justifiée pour deux raisons : la grande finesse des observations et les mesures de composition chimique qu'il permet. La préparation des échantillons pour le MEB est similaire à celle utilisée en optique, la seule différence résidant dans le fait que l'échantillon doit être conducteur. Pour se faire, il est possible d'utiliser une résine thermodurcissable conductrice, ou d'ajouter un fil de métal conducteur, comme le cuivre, faisant le lien

électrique entre le Ti-6Al-4V et le porte échantillon du MEB. Le MEB utilisé pour l'ensemble des observations et des analyses chimiques est le modèle « Tabletop TM3030 » de la marque « Hitachi ».

2.3.3.1 Principes

Le microscope électronique à balayage (MEB) est constitué d'une colonne de diaphragmes et de lentilles de type condenseurs qui vont focaliser le faisceau d'électrons généré à son sommet. Le faisceau va venir frapper la surface de l'échantillon : une poire d'interaction se crée alors sous la surface de l'échantillon (Figure 2.13) dont la taille va varier en fonction de l'énergie du faisceau et de la nature de l'échantillon.

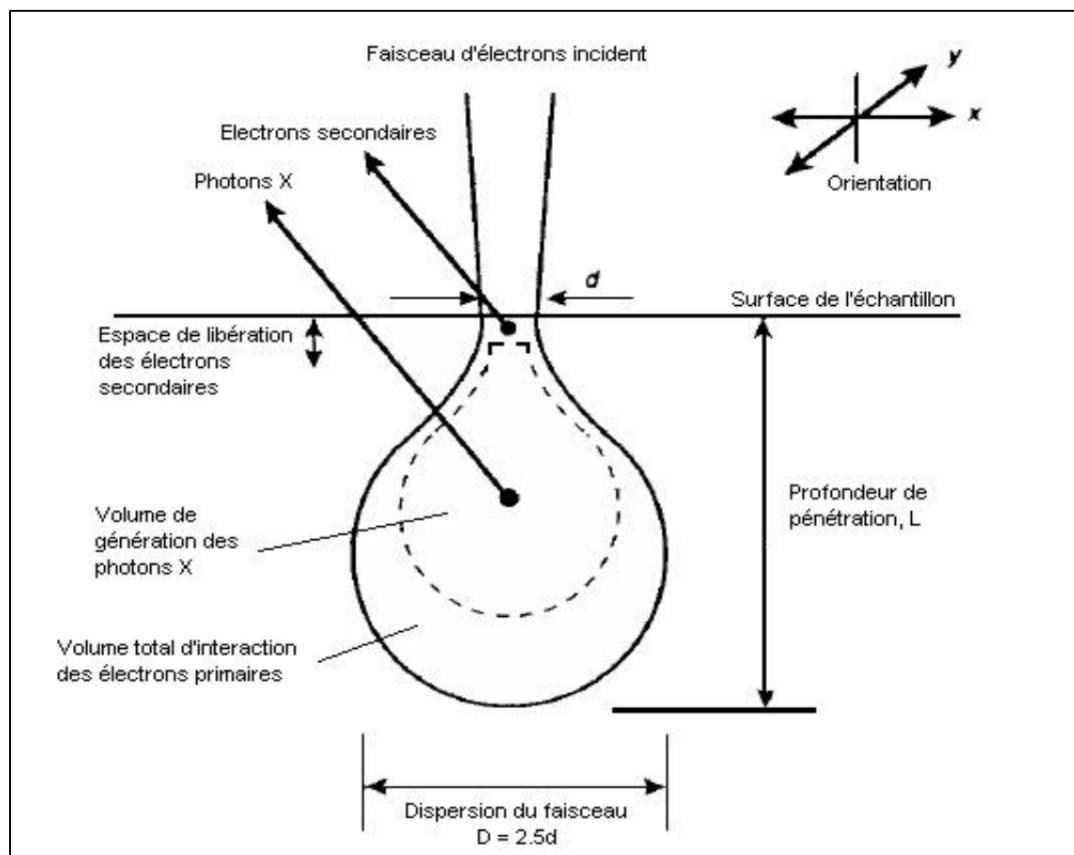


Figure 2.13 Impact du faisceau d'électrons sur l'échantillon produisant différentes émissions

Adapté de (Jacobson, 2005)(Jacobson, 2005)(Jacobson, 2005)(Jacobson, 2005)(Jacobson, 2005)(Jacobson, 2005)(Jacobson, 2005)

Le MEB est équipé de plusieurs détecteurs qui vont capter les électrons émis par la surface observée. Chaque détecteur a une façon particulière d'analyser cette émission en sélectionnant un type d'électrons par exemple. Ainsi un détecteur BSE (Back-Scattered Electrons ou électrons rétrodiffusés) capte les électrons rétrodiffusés et introduit dans l'image qu'il fournit, en fonction du réglage, soit une différence de topographie soit un contraste chimique qualitatif. Un détecteur EDS va capter, lui, un photon X émis à la suite d'une collision entre un électron primaire (du faisceau) et un électron d'une couche supérieure (Figure 2.14). Ce photon va être caractéristique de l'atome duquel il provient ; on obtient alors une analyse chimique de la surface (Rokvam, 2011).

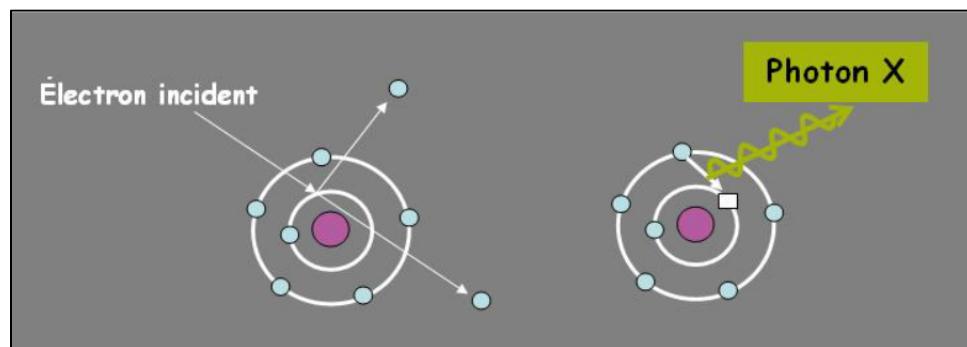


Figure 2.14 Principe de l'analyse par détecteur EDS
Tiré de Perrin (2007)

2.3.3.2 Observation des joints

Dans un premier temps, on utilisera le détecteur BSE (électrons rétrodiffusés) pour avoir une image des échantillons observés. Pour cette observation l'énergie utilisée est de 15 keV. Le résultat est une image en tons de gris de l'échantillon. Les parties les plus claires correspondant à des zones de numéro atomique plus élevé, et au contraire, les zones plus sombres correspondant à des éléments à numéro atomique moins élevé. D'autres modes sont disponibles et rendent des images différentes, comme le mode « TOPO » qui met l'accent sur la topographie de l'échantillon et permet de mieux apprécier certains reliefs. L'avantage

majeur du MEB « Tabletop 3030 » est sa facilité d'utilisation qui est très intuitive. Les images obtenues sont très fines et le grossissement peut atteindre 30000 fois.

2.3.3.3 Mesure de composition chimique

En complément des images en électrons rétrodiffusés, le logiciel « Quantax » lié au microscope, offre la possibilité de réaliser des analyses chimiques locales des échantillons grâce à l'analyse dispersive en énergie rayon X (EDX). Il est aussi possible de faire un relevé ponctuel où l'on sélectionnera une zone en particulier de l'échantillon pour des mesures précises. Il est aussi possible de faire des mesures suivant une ligne ou bien d'avoir une carte en deux dimensions des éléments en présence sur une zone d'intérêt. La quantification de ces différentes méthodes fournit des résultats en pourcentage massique, ou atomique, et permet de comparer les différentes zones du joint entre elles.

2.3.4 Analyse de microdureté

Les essais de microdureté sont effectués sur la machine « Clemex ST-2000 » qui est couplée à un logiciel de capture et d'analyse vidéo « CFD-HT ». Cette machine est équipée d'un pénétrateur en diamant de forme pyramidale à base carrée. L'empreinte laissée par le diamant dans les échantillons permet de lui faire correspondre une microdureté en mesurant les diagonales de cette empreinte. La microdureté, en Vickers, se calcule alors ainsi :

$$HV = \frac{F}{S} = 1.8544 \frac{F}{d^2} \quad (2.1)$$

F correspond à la charge appliquée, ici 200gf pour le Ti-6Al-4V ; S est la surface de l'empreinte, en mm^2 , et d est la moyenne de la longueur des diagonales de l'empreinte, en mm.

Les mesures de microdureté sont utiles car elles peuvent illustrer la présence de certaines parties dures dans le joint. En effet, certaines phases se constituant lors du brasage sont particulièrement fragilisantes et sont caractérisées par une dureté élevée. Aussi, on veillera à éviter de trop grandes variations dans la partie centrale du joint entre les deux plaques de Ti-6Al-4V : de faibles gradients de dureté dans le joint sont le résultat d'une certaine

homogénéisation de sa composition, alors qu'à l'inverse, de fortes variations sont le signe de la présence de zones compromettant le comportement mécanique futur du joint.

CHAPITRE 3

RÉSULTATS DES ESSAIS ET DES ANALYSES

3.1 Résultats des essais à 870°C sur des joints en T

Le brasage à 870°C de joints en T de Ti-6Al-4V avec le Ti-20Zr-20Ni-20Cu comme métal d'apport s'est déroulé selon les conditions décrites en section 2.2, à savoir : après une purge à l'argon et un nettoyage à l'acétone, les plaques à assembler sont plongées dans le four, soumis à un vide de 10^{-5} mbar. Le cycle thermique représenté sur la Figure 2.9 est valide pour le brasage d'une durée de 80 minutes. Pour chacun des autres essais, seule la durée est modifiée et écourtée à 5, 10, 20 ou 40 minutes selon le cas.

Dans cette partie, l'influence de la durée et de la température de brasage seront étudiées au travers des observations aux microscopes optique et électronique à balayage. De plus, des analyses de compositions chimiques apporteront des éléments concernant la présence et le déplacement des atomes dans le joint pendant leur fabrication. Enfin, des mesures de microdureté concluront cette partie avec la caractérisation des différentes régions existantes.

3.1.1 Microscopie optique

Après le brasage de cinq joints à 870°C selon les cinq durées désirées, chacun est découpé et fournit trois échantillons de trois parties différentes du joint. Ainsi, 15 échantillons fourniront les données relatives aux différentes durées testées.

L'examen au microscope optique permet d'observer la présence et l'évolution des différentes parties du joint en fonction du temps de brasage spécifié. Cet examen donne également une idée globale de la qualité du brasage effectué : en effet, selon le type de microstructure en présence des premières conclusions peuvent être tirées. Ainsi, on cherchera pour chacun des essais à observer une structure présentant des lamelles au centre du joint, entre les deux plaques de substrat. L'évolution des structures en fonction du temps permettra de mettre en

avant l'influence du temps de brasage dans le développement d'une telle structure et d'ainsi émettre certaines recommandations.

3.1.1.1 Zones observées

La Figure 3.1 présente un grossissement x100 d'un joint brasé à 870°C pendant 20 minutes. Sur cette image, certaines parties du joint sont caractéristiques et se retrouvent sur la totalité des échantillons. On retrouve notamment :

- La zone de lamelles : marquée par la lettre A, elle est caractérisée par la présence de lamelles allongées en bordure de la structure équiaxe du Ti-6Al-4V.
- La zone d'interdiffusion : marquée par la lettre B, cette zone apparaît de couleur noire sur les observations et se trouve notamment entre les plaques de Ti-6Al-4V, en regard du métal d'apport.
- Le métal d'apport : marqué par la lettre C, le Ti-20Zr-20Ni-20Cu est caractérisé par une couleur brunâtre et se retrouve sur les côtés du joint, formant de cette manière le raccordement, et selon les cas il peut aussi apparaître entre les deux plaques.
- Les plaques de Ti-6Al-4V : marquées par la lettre D, on peut les reconnaître par leur structure équiaxe d'origine et par leur disposition, avec une plaque horizontale et l'autre verticale formant ainsi le T du joint.

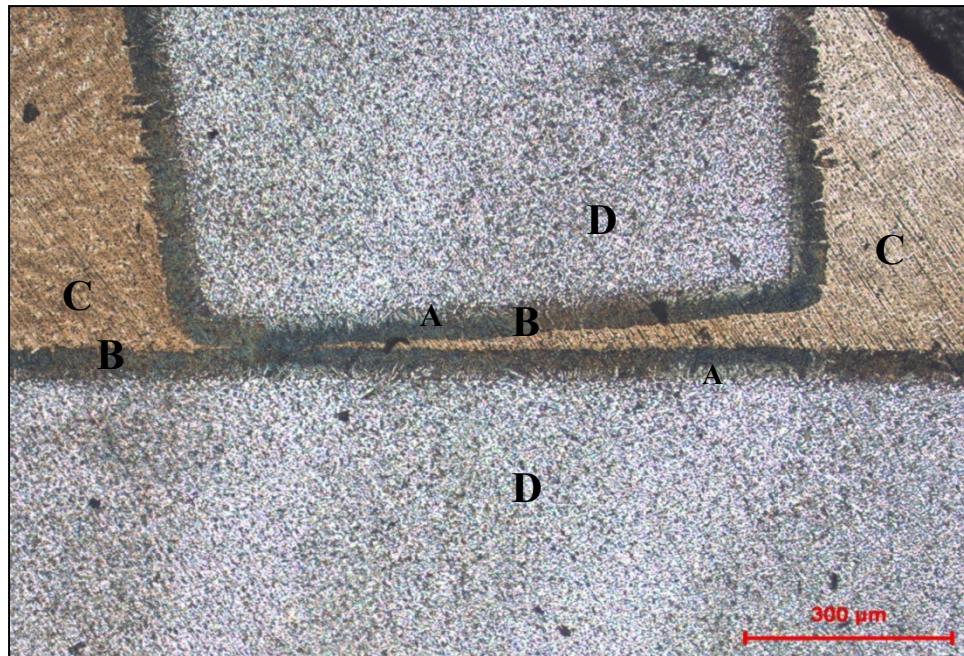


Figure 3.1 Photographie d'un joint brasé à 870°C pendant 20 minutes

Ce premier examen au microscope optique est avant tout révélateur d'une tendance très néfaste pour les joints brasés. En effet, dès la première observation plusieurs problèmes sont remarqués et proviennent de la même cause : les plaques des joints brasés en T ne sont pas perpendiculaires. Ce défaut de perpendicularité dans le joint entraîne un problème au niveau du jeu entre les deux plaques avant le brasage. Le jeu de brasage, censé être de 50 µm, soit l'épaisseur du feuillard, n'est alors pas respecté sur la longueur totale du joint et varie selon le défaut de perpendicularité des plaques. Ce problème sera en partie endigué en ne conservant que les données d'un des côtés des échantillons où le jeu de 50 µm est respecté. Ceci correspond à l'endroit où les plaques sont en contact sur un des côtés de la plaque verticale, comme c'est le cas à gauche sur la Figure 3.1.

3.1.1.2 Évolution avec le temps

La durée de brasage a une incidence sur la diffusion des éléments : plus elle augmente et plus les atomes ont la possibilité de se déplacer du métal d'apport vers le métal de base, et

réciproquement. C'est ainsi que le jeu de brasage entre les plaques de base du T a tendance à diminuer avec le temps, le métal d'apport se diffusant et disparaissant au fur et à mesure. La Figure 3.2 est une mosaïque des joints brasés selon les différentes durées s'étalant de 5 à 80 minutes. Elle rend visuellement compte des différences entre chaque échantillon vis-à-vis du temps de brasage pour une largeur de joint initiale supposée identique et égale à 50 μ m.

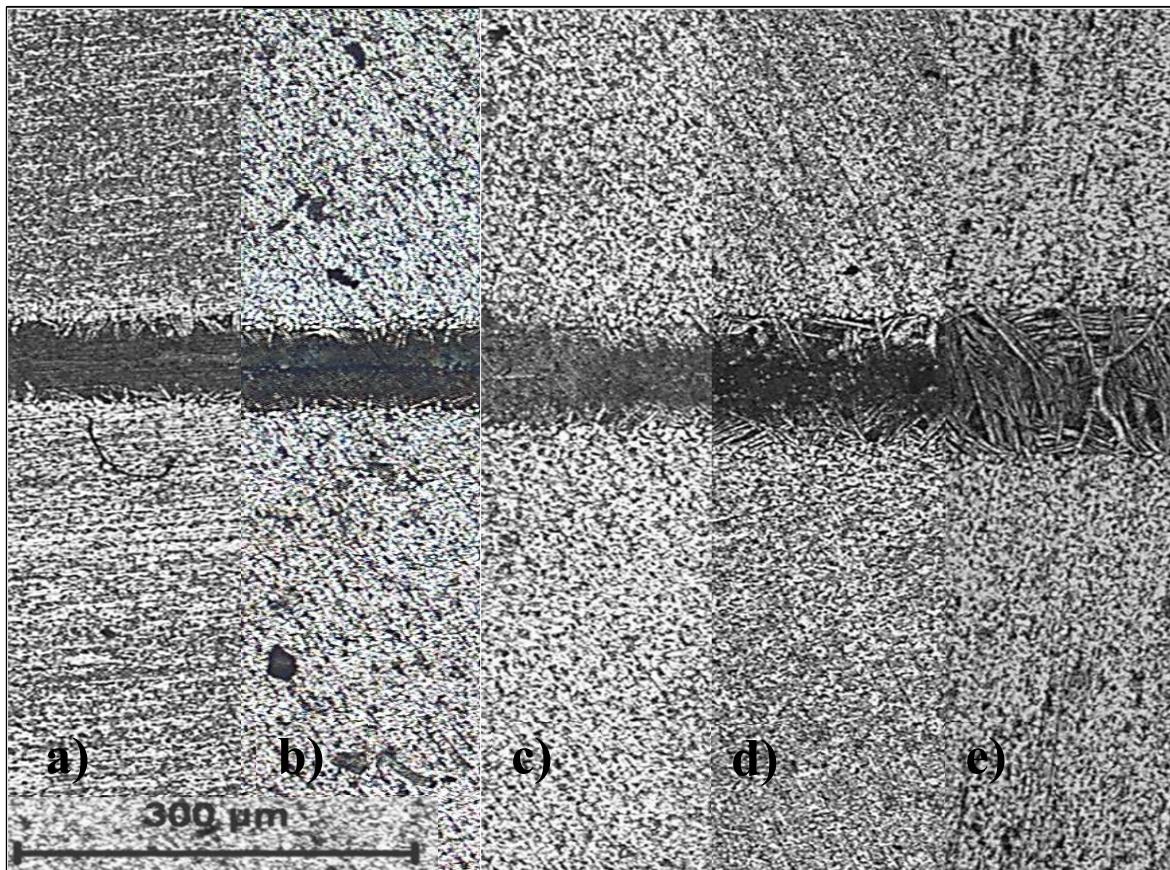


Figure 3.2 Microstructures de joints brasés à 870°C pendant
a) 5, b) 10, c) 20, d) 40 et e) 80 minutes

Ces différentes images fournissent des informations intéressantes sur l'évolution au cours du temps. Dans certains cas, la différence entre les durées de brasage n'est pas forcément évidente, cependant, une tendance à l'augmentation de chaque zone au cours du temps brasage est visible. Ainsi, l'épaisseur de la structure lamellaire, mais également de la zone d'interdiffusion, deviennent de plus en plus importantes. Finalement, ces deux zones se

développent au détriment, d'une part, de la structure équiaxe du Ti-6Al-4V d'origine, et d'autre part, du métal d'apport entre les plaques.

La Figure 3.3 décrit l'évolution de l'épaisseur de la zone d'interdiffusion (ZI), de la zone de lamelles (ZL) et du métal d'apport (MA), dans les joints brasés à 870°C en fonction du temps de brasage variant de 5 à 80 minutes.

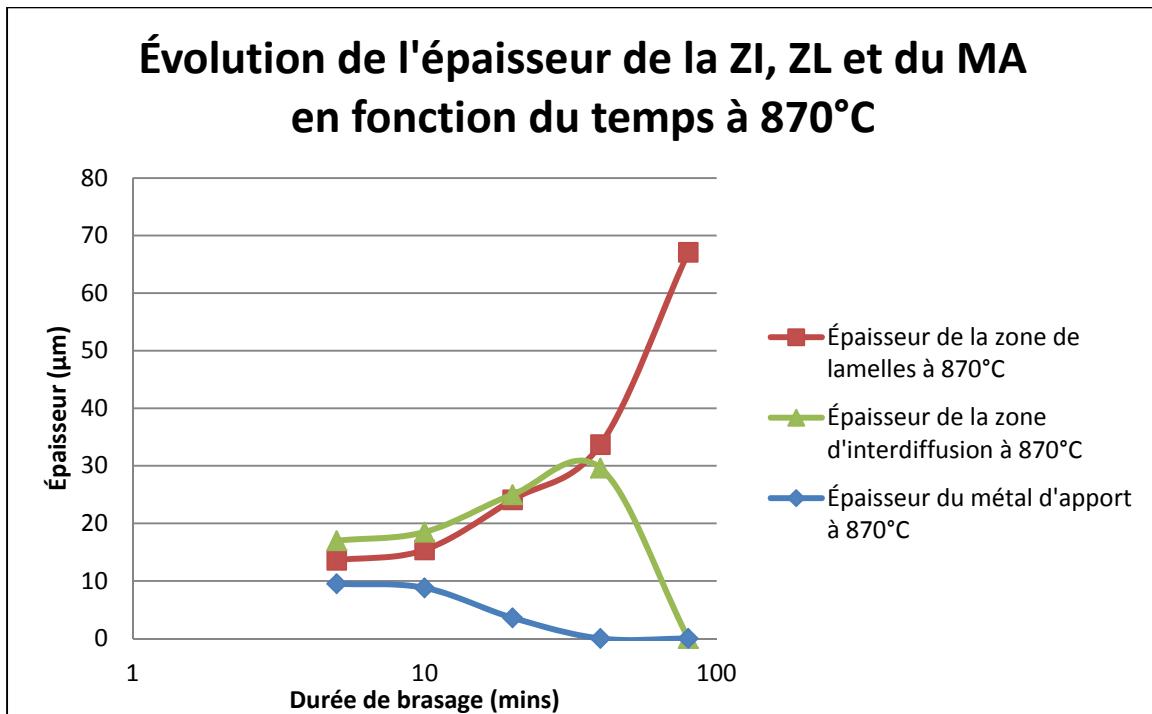


Figure 3.3 Évolution des épaisseurs de la couche d'aiguilles, de la zone d'interdiffusion et du métal d'apport à 870°C

La tendance de ces courbes d'évolution est intéressante et illustre deux comportements :

- La première phase correspond à une augmentation des deux épaisseurs, depuis 5 minutes jusqu'à environ 40 minutes ;
- La seconde phase correspond à la fois à la décroissance de l'épaisseur de la ZI et à la croissance de la ZL.

Ces deux périodes sont l'illustration des effets de la diffusion lors du brasage. Dès que le métal d'apport mouille les plaques de Ti-6Al-4V, les atomes du métal d'apport diffusent dans le métal de base et stabilisent sa phase β . En revanche, lors du refroidissement, la phase β du

Ti-6Al-4V n'est pas stable ce qui permet aux lamelles correspondant à la phase α du Ti-6Al-4V d'apparaître et de se développer dans le joint. De plus, ces mécanismes de diffusion entraînent à terme la réduction de l'épaisseur du métal d'apport qui se dissout progressivement et finit par disparaître d'entre les plaques. C'est ainsi que l'on observe la première tendance d'augmentation entre 5 et 40 minutes de brasage : l'épaisseur de la ZI passe de 17 à 30 μm et celle de la ZL passe de 13 à 33 μm .

Cependant, à partir d'environ 40 minutes de brasage, l'épaisseur de la ZI diminue, jusqu'à disparaître pour 80 minutes en raison de la trop faible quantité d'éléments β stabilisant. En effet, l'augmentation de la durée de brasage tend à homogénéiser la composition chimique du joint et, à terme, la ZI s'appauvrit en éléments β stabilisant ce qui entraîne la disparition de cette couche après refroidissement, au profit de la ZL. Finalement ceci démontre qu'à partir d'environ 35 minutes de brasage les concentrations maximum en éléments β stabilisant diminuent et commencent à ne plus être suffisantes pour conserver la phase β du Ti-6Al-4V après refroidissement.

Ainsi, grâce à ces relevés des différentes épaisseurs dans le joint, il nous est possible de conclure qu'un temps de brasage compris entre 40 et 80 minutes, pour une température de 870°C, permet d'éliminer la ZI et d'obtenir finalement un joint possédant une structure lamellaire. Cependant, il est important de rappeler qu'aucun des joints analysés ne présentait des lamelles sur toute leur longueur à cause du défaut de perpendicularité des plaques du T et que des essais pour lesquels le jeu de brasage est maîtrisé sont nécessaires pour valider ces observations.

3.1.2 Microscopie électronique à balayage

L'utilisation du Microscope Électronique à Balayage (MEB) a servi à deux applications. La première consiste en une observation globale des joints brasés, grâce au mode électrons rétrodiffusés (BSE) afin de repérer les différentes zones du joint. La seconde application est une analyse de composition chimique des éléments en présence dans les joints. Ces deux cas

d'utilisation tenteront d'appuyer les différentes observations menées avec le microscope optique.

3.1.2.1 Zones observées

Le mode électrons rétrodiffusés du MEB produit une image en nuances de gris de l'échantillon observé. Les Figure 3.4 et Figure 3.5 représentent le même échantillon brasé à 870°C pendant 80 minutes selon respectivement un grossissement x60 et un grossissement x100.

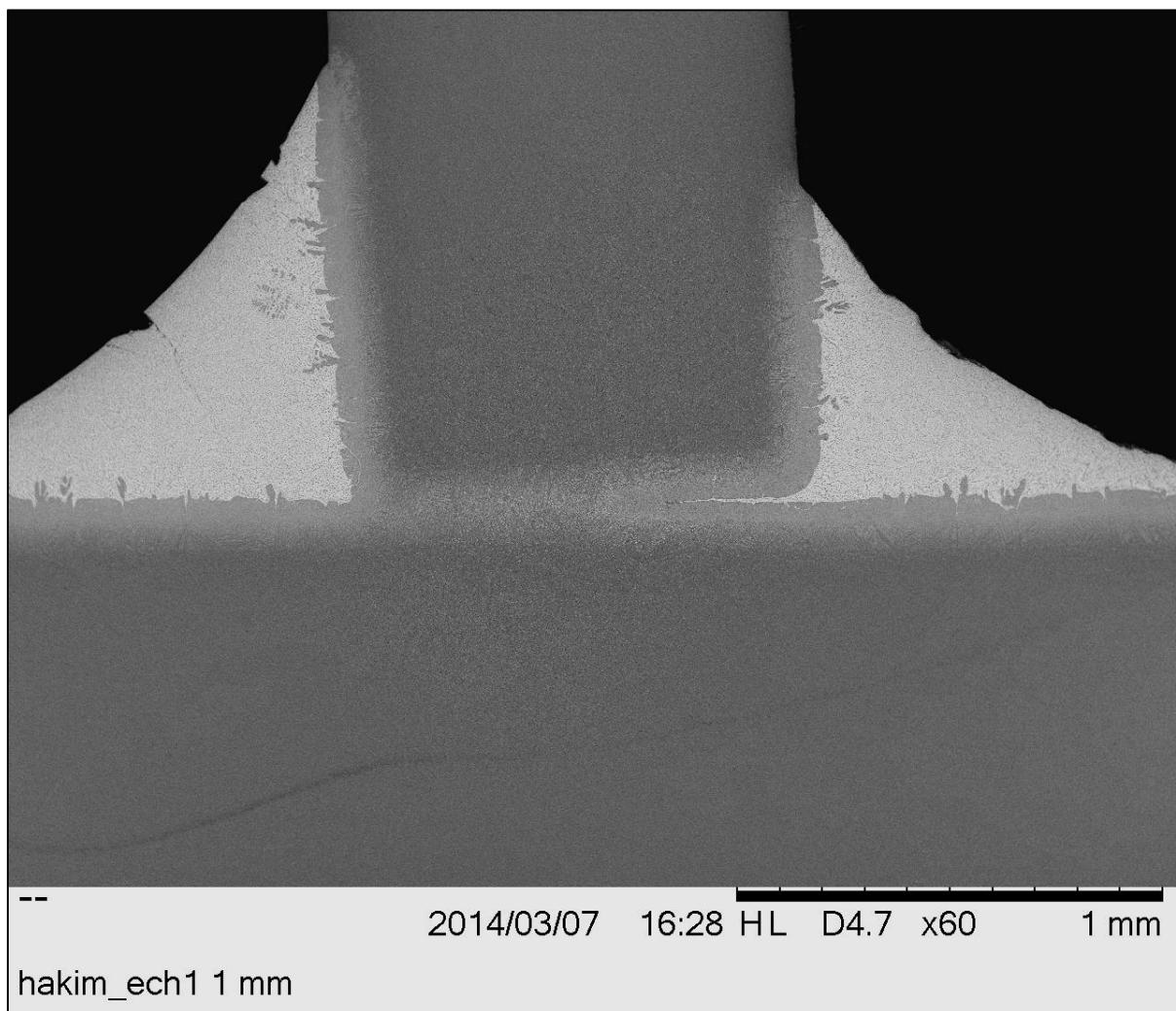


Figure 3.4 Image globale d'un joint brasé à 870°C pendant 80 minutes (x60)

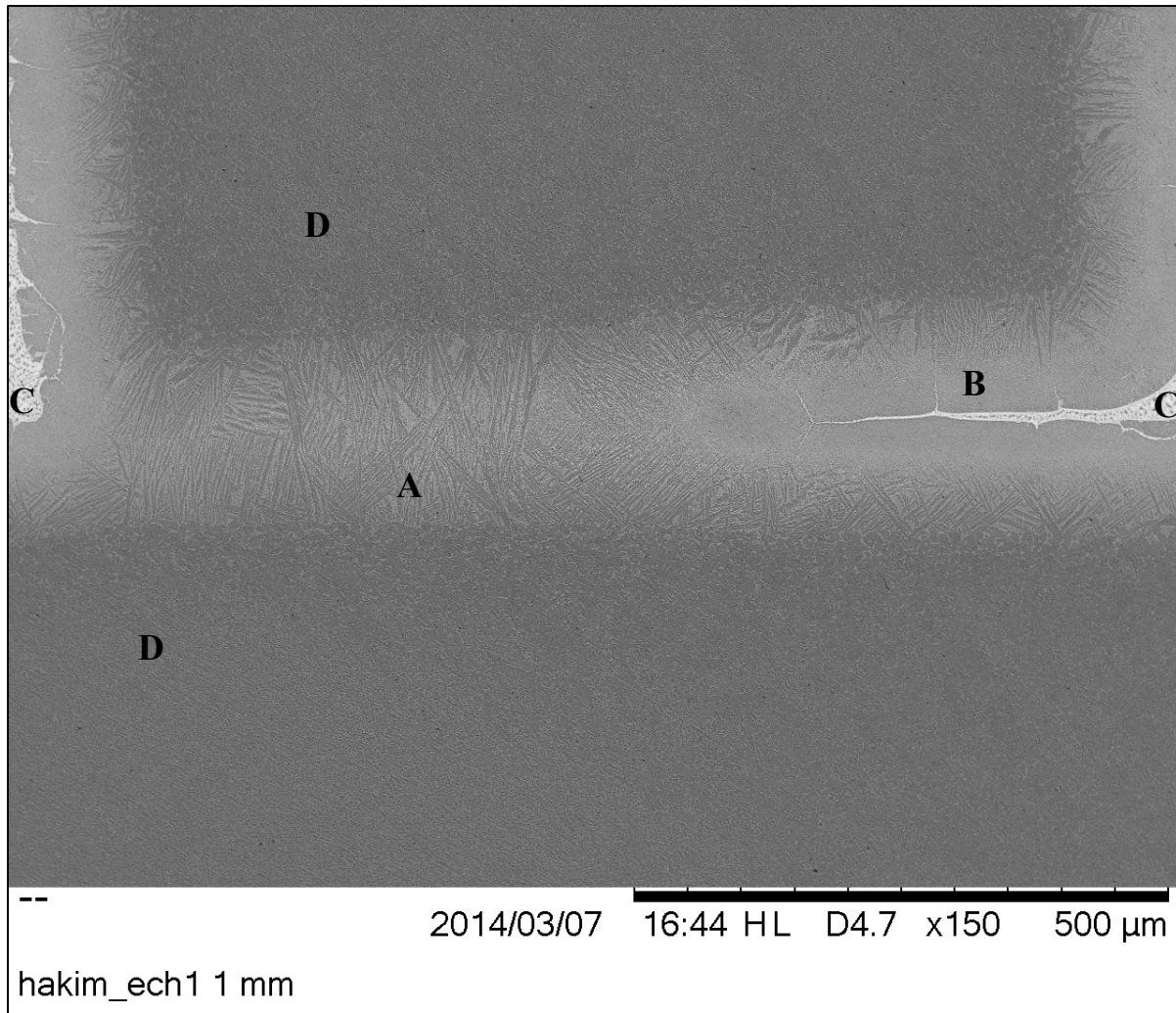


Figure 3.5 Image prise au MEB d'un joint brasé à 870°C pendant 80 minutes (x100)

Les différentes zones caractéristiques apparaissent selon des tons de gris différents et il est ainsi possible de distinguer :

- Les lamelles, fines et allongées, représentées par la lettre A ;
- La ZI, d'un gris homogène, représentée par la lettre B ;
- Le métal d'apport, d'un gris très clair, représenté par la lettre C;
- Les plaques du métal de base, partie la plus sombre de l'image, représentées par la lettre D.

Les nuances de gris observées au MEB sont le fruit des variations de numéro atomique des éléments en présence : à une teinte claire de gris correspond un numéro atomique élevé, et inversement, une zone plus sombre correspond à un numéro atomique moins élevé.

Le Tableau 3.1 renseigne le numéro atomique des différents éléments présents dans le joint et permet ainsi de mieux apprécier les nuances de couleurs observées.

Tableau 3.1 Numéro atomique des différents éléments présents dans le joint

Élément	Aluminium	Titane	Vanadium	Nickel	Cuivre	Zirconium
Numéro atomique	13	22	23	28	29	40

Le métal d'apport étant constitué de titane, allié à du nickel, du cuivre et du zirconium, éléments de plus hauts numéros atomiques, il apparaît de manière beaucoup plus claire sur les images en BSE que le métal de base, qui lui, est constitué de titane, allié à de l'aluminium et du vanadium dont les numéros atomiques sont plus bas.

Finalement, l'observation au MEB devient un outil complémentaire au microscope optique et permet à la fois de confirmer la présence des différentes zones observées et de justifier l'existence des différentes zones par les atomes s'y trouvant grâce au contraste des couleurs.

3.1.2.2 Composition chimique des zones

Dans cette section, les résultats de composition chimique d'un joint brasé à 870°C pendant 80 minutes, représenté sur la Figure 3.5, seront analysés. En effet, cet échantillon est particulièrement représentatif de tous les cas pouvant être rencontrés car on y retrouve, en plus des métaux de base et d'apport, une zone centrale avec une microstructure lamellaire, mais aussi une zone d'interdiffusion et une partie de métal d'apport entre les plaques.

La composition chimique de ces différentes zones correspondant sont données dans le Tableau 3.2 suivant :

Tableau 3.2 Composition des différentes zones lors du brasage à 870°C

	Ti-6Al-4V	ZL	ZI	MA
Element	[norm. wt.%]	[norm. wt.%]	[norm. wt.%]	[norm. wt.%]
Titanium	91,3	80,8	75	50,6
Aluminium	6	3,7	2,7	1,4
Vanadium	2,7	2,4	1,3	0,7
Copper	0	5,3	7,9	14,6
Nickel	0	3,7	6,5	15,3
Zirconium	0	4,1	6,7	17,3

Ces valeurs de composition chimique relevées dans le Ti-6Al-4V sont similaires à sa composition originale, à savoir : 6% d'aluminium, 4% de vanadium et 90% de titane. Grâce à ces résultats il apparaît donc que lorsque l'on se place dans la structure équiaxe du Ti-6Al-4V et malgré une opération de brasage, la composition chimique n'est pas modifiée, de même que la taille des grains α ne l'est pas non plus, ce qui valide la technique de brasage.

L'analyse chimique de la zone de lamelles au centre du joint montre la présence des éléments du métal d'apport. Ainsi le cuivre, le zirconium et le nickel sont mesurés à des pourcentages situés entre 3,7 et 5,3%. A l'apparition de ces éléments correspond la diminution de la présence des atomes de titane, d'aluminium et de vanadium. Ces relevés peuvent ainsi justifier quantitativement la présence d'aiguilles dans cette zone : les éléments d'apport ont diffusé dans le joint, faisant apparaître la phase β du Ti-6Al-4V, cependant, lors du refroidissement ils n'étaient pas en quantité suffisante pour empêcher l'apparition des grains α sous la forme de lamelles.

De plus, ce relevé de composition chimique permet de constater que le cuivre est l'élément le plus présent dans cette zone lamellaire, comparativement aux autres éléments d'apport que sont le zirconium et le nickel. Cette observation montre ainsi que le cuivre est l'élément qui diffuse depuis le métal d'apport vers le Ti-6Al-4V de base.

Par ailleurs, les résultats de la composition chimique de la zone d'interdiffusion montrent un enrichissement en éléments du métal d'apport avec des niveaux très bas de vanadium et

d'aluminium, au contraire du cuivre, du zirconium et du nickel dont la présence s'accentue encore davantage dans cette ZI. D'une manière similaire au cas de la zone lamellaire, le cuivre est l'élément d'apport le plus présent dans la couche d'interdiffusion, confirmant ainsi l'hypothèse qu'il diffuse vite au sein de la phase β .

La composition du métal d'apport montre qu'une nouvelle fois l'aluminium est en très faible quantité, alors qu'il n'y a presque plus de vanadium mesuré. A l'inverse, le zirconium, le nickel et le cuivre sont beaucoup plus présents et leurs quantités sont proches de celles nominales du métal d'apport. La composition de la zone mesurée n'est pas exactement celle du métal d'apport originel à cause à la fois de la migration d'atomes de titane depuis le métal de base vers le métal d'apport et des atomes d'apport vers le Ti-6Al-4V. De plus, on peut cette fois observer que le cuivre est l'élément d'apport le moins présent par rapport au zirconium et au nickel. C'est-à-dire que c'est l'élément qui a le plus migré depuis le métal d'apport vers le métal de base.

Finalement, l'observation au MEB s'avère être un outil complémentaire au microscope optique car il permet de confirmer la présence des différentes zones observées. D'un autre côté, les mesures de composition chimique permettent d'illustrer les phénomènes de diffusion ayant lieu en quantifiant la présence des différents éléments selon les différentes parties du joint observées.

C'est ainsi que le cuivre, qui est l'élément d'apport détecté en plus grande quantité dans la structure équiaxe, apparaît comme l'élément qui diffuse le plus du Ti-20Zr-20Ni-20Cu d'apport vers le Ti-6Al-4V de base.

3.1.3 Microdureté

Les mesures de microdureté constituent un autre moyen d'évaluer le brasage effectué sur les joints à 870°C. La Figure 3.6 présente une carte de microdureté réalisée sur un joint brasé pendant 80 minutes à 870°C. Elle présente les résultats de 49 mesures couvrant la zone centrale du joint avec la photo de ce dernier en arrière-plan. Chaque mesure est superposée à

l'endroit de l'indentation et une interpolation relie les différentes valeurs selon un dégradé de couleurs, allant du bleu au rouge, le rouge représentant les zones les plus dures du joint.

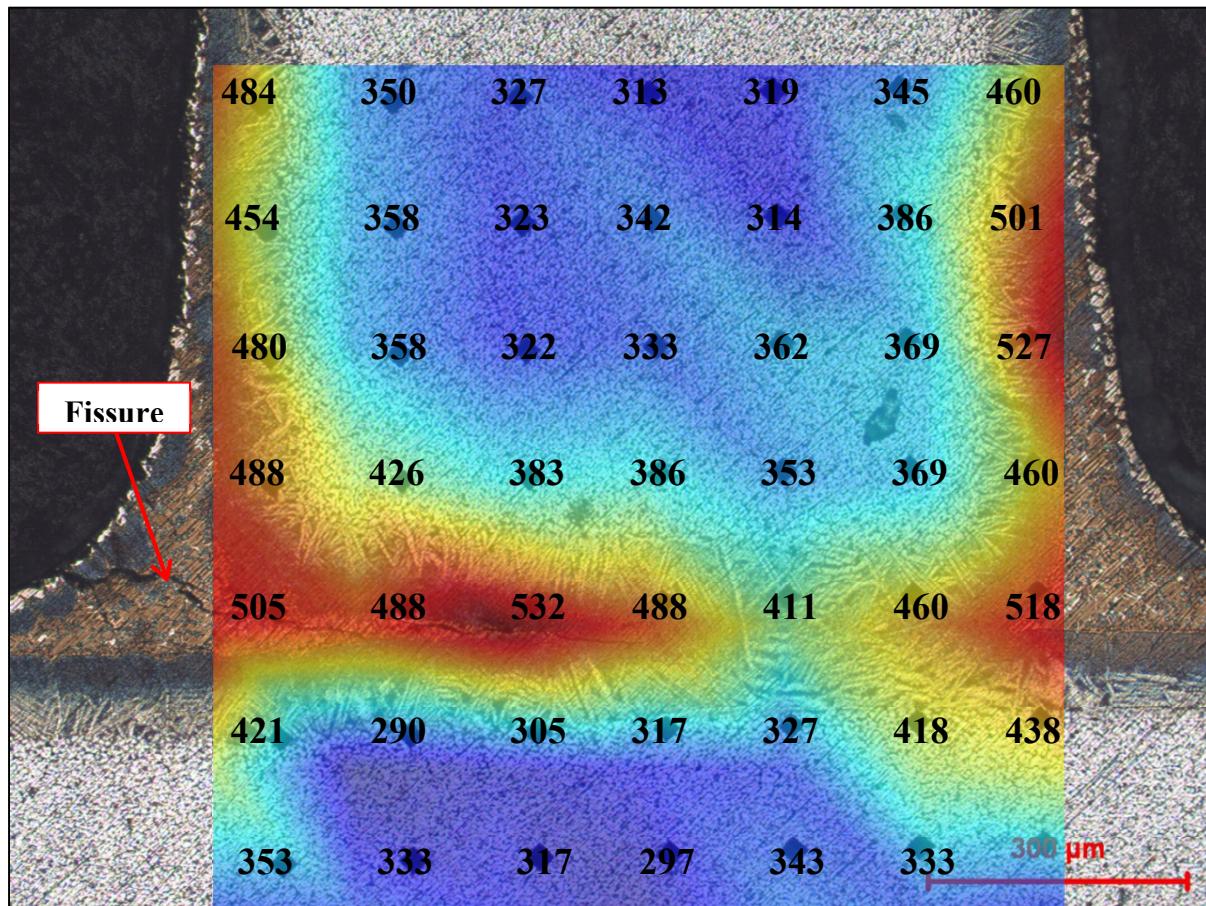


Figure 3.6 Carte de microdureté d'un joint brasé à 870°C pendant 80 minutes

Cet exemple illustre tous les cas de figure rencontrés lors des essais : chacune des zones identifiées et décrites précédemment sont présentes ce qui permet de mettre en avant leur spécificité en termes de microdureté. On retrouve ainsi :

- Une zone où la dureté est comprise entre 297 et 386 HV et qui correspond aux plaques de Ti-6Al-4V initiales ;
- Une zone de dureté allant de 386 à 438 HV environ et qui correspond aux lamelles et à la zone d'interdiffusion ;

- Une zone très dure qui s'échelonne de 438 à 527 HV environ et qui correspond au métal d'apport, à la fois entre les plaques de Ti-6Al-4V et au niveau des raccordements sur les côtés du joint.

Ces parties les plus dures sont celles qui posent le plus de problème par rapport à la résistance du joint. Elles caractérisent des zones extrêmement fragiles qu'il convient de réduire au maximum. Cette fragilité est notamment visible avec une fissure qui s'est développée lors des étapes de préparation des échantillons et qui se situe exclusivement dans le métal d'apport.

Lorsque les deux plaques horizontales et verticales de Ti-6Al-4V se rejoignent au centre du joint c'est la microstructure de type lamellaire qui est présente et la microdureté est évaluée à 411 HV, alors que dans les parties où le métal d'apport est encore présent les duretés sont de l'ordre de 520 HV.

Au centre du joint, là où les lamelles se sont développées, les variations de microdureté sont faibles par rapport aux valeurs des plaques de Ti-6Al-4V. Ces faibles variations sont le signe d'une bonne homogénéisation de la composition chimique du joint et l'on se rapproche ainsi de la microdureté originelle du Ti-6Al-4V qui est de 349 HV.

Finalement, mesurer la microdureté d'un joint brasé est un moyen supplémentaire aux observations microscopiques. Comme celles-ci, les différentes parties du joint sont discernables par les variations des valeurs de microdureté. De plus, elles confirment que le fait que le métal d'apport soit présent en fin de cycle de brasage, surtout entre les plaques de Ti-6Al-4V, doit être évité car il le fragilise et présente de fortes valeurs de microdureté. Enfin, le développement des lamelles au centre du joint doit être favorisé car cette microstructure présente une microdureté proche de celle du Ti-6Al-4V et signifie surtout que la composition du joint présente une bonne homogénéité, caractérisée par de faibles gradients de dureté dans les mesures effectuées. Pour développer une telle structure dans le joint, il est nécessaire de maintenir le brasage sur une période d'au moins 80 minutes, en prenant garde de respecter la perpendicularité des plaques de Ti-6Al-4V et le jeu de 50 µm du feuillard.

3.2 Résultats des essais commandés à 875°C au CMQ sur des joints en T

Les essais de brasage réalisés à 875°C ont prodigué des résultats bien différents de ceux effectués à 870°C. Cependant, la différence de température de 5°C n'en est pas la cause majeure. À travers cette section, l'importance des conditions de brasage sera démontrée par l'observation des microstructures finales de plusieurs joints brasés.

3.2.1 Cycle et conditions de brasage utilisés

Pour le brasage des échantillons à la température de 875°C, le four BMICRO du Centre de Métallurgie du Québec (CMQ) a été utilisé. Ce dernier présente l'avantage de pouvoir brasser jusqu'à 5 joints en T en même temps, comparativement au four utilisé à l'université Concordia qui n'en permet qu'un. Dans l'optique d'essais mécaniques ultérieurs, où de nombreux tests sont nécessaires, ce four affiche donc une possibilité de gain de temps important sur la fabrication de joints.

En ce qui concerne l'atmosphère de brasage, ce four est doté d'une pompe permettant d'atteindre des pressions de 10^{-4} mbar, ce qui en fait un vide moins poussé que les pressions de 10^{-6} mbar mesurées lors des essais à Concordia.

Le cycle thermique utilisé pour le brasage à 875°C diffère quelque peu de celui à 870°C dans la montée en température et lors du refroidissement. Ainsi, une rampe de +20°C/min est employée jusqu'à 875°C. S'ensuit un palier de stabilisation à 875°C durant de 5 à 80 minutes, puis le refroidissement termine le cycle avec une baisse de la température d'environ -6°C/min. La Figure 3.7 représente les cycles thermiques utilisés au CMQ et à Concordia et permet de visualiser les différences décrites précédemment. De cette manière, la présence d'un palier d'homogénéisation de la température à 800°C, qui permet d'éviter de dépasser la consigne de brasage de 870°C, et le refroidissement plus rapide, d'environ -13°C/min pour le cycle utilisé à Concordia, apparaissent sur cette figure.

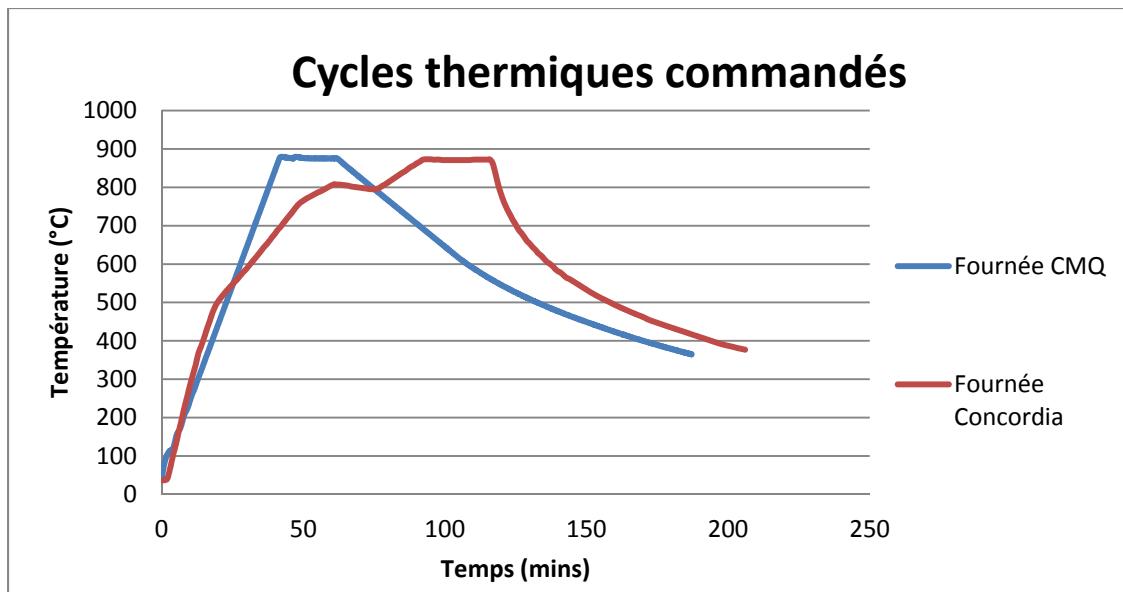


Figure 3.7 Comparaison des cycles thermiques entre le brasage au CMQ et à Concordia

3.2.2 Observation de joints brasés

Cette partie concerne l'observation au microscope optique de trois joints brasés à une température de 875°C et pour des durées de 20 et 80 minutes. L'analyse se concentrera dans un premier temps sur les types de microstructures rencontrés, puis sur l'effet de l'utilisation de pâte ou de feuillard pour le métal d'apport et pour finir l'importance de l'atmosphère de brasage sera mise en avant.

3.2.2.1 Développement des lamelles

Afin de comprendre et de confirmer les mécanismes de formation de la structure lamellaire observés, les analyses microscopiques sont basées sur des joints brasés pour des durées de 20 et 80 minutes. La Figure 3.8 représente un joint brasé pendant 80 minutes, photographié selon deux grossissements, le plus gros représentant spécifiquement la zone centrale du joint, entre les plaques de Ti-6Al-4V.

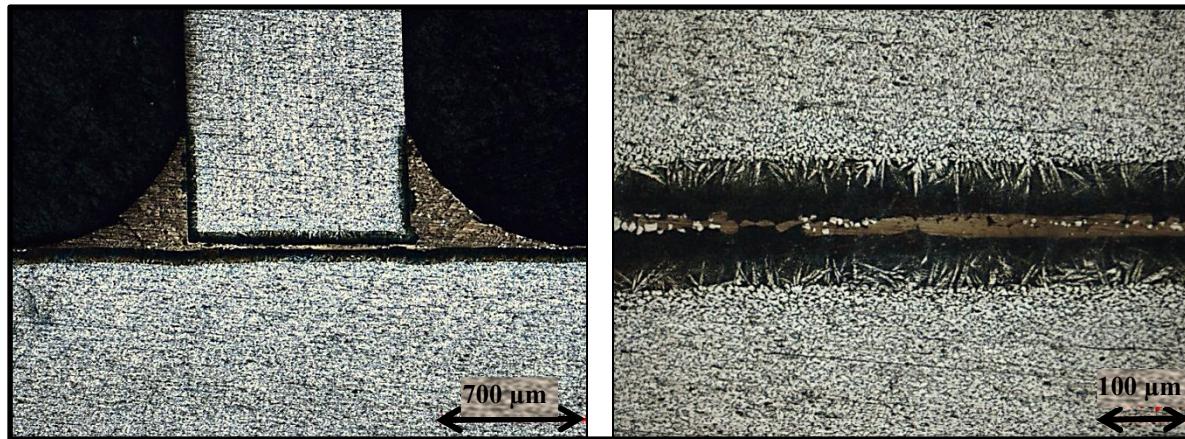


Figure 3.8 Joint brasé à 875°C pendant 80 minutes et un feuillard pour métal d'apport

Pour ce joint brasé à 875°C durant 80 minutes, les plaques horizontale et verticale de Ti-6Al-4V sont visibles avec leur structure équiaxe originelle non modifiée. Ensuite, la zone de lamelles apparaît au bord de cette structure, ainsi que la couche d'interdiffusion, apparaissant de couleur noire. On reconnaît enfin le métal d'apport qui est à la fois situé sur les côtés du joint, formant de cette manière le raccordement, mais également entre les plaques. Cette présence au cœur du joint en fin de cycle s'explique par le jeu initial du joint qui n'est pas contrôlable et qui visiblement dépasse les 50μm, ce qui correspond à l'épaisseur du feuillard utilisé. Une nouvelle fois cet exemple illustre la difficulté de braser des joints en T selon une manière unique, maîtrisée et répétable.

Il est toutefois intéressant de remarquer que l'épaisseur de la couche de lamelles est en moyenne de 28μm dans le joint. Cette valeur est largement inférieure aux 45μm mesurés en moyenne pendant également 80 minutes mais pourtant à une température inférieure, 870°C. Cette tendance à avoir une épaisseur d'aiguilles dans le joint moins importante à 875°C qu'à 870°C avec un brasage de 80 minutes se confirme lorsque le métal d'apport utilisé est sous forme de pâte. Ceci est visible sur la Figure 3.9 qui représente un joint brasé pendant 80 minutes à 875°C avec de la pâte.

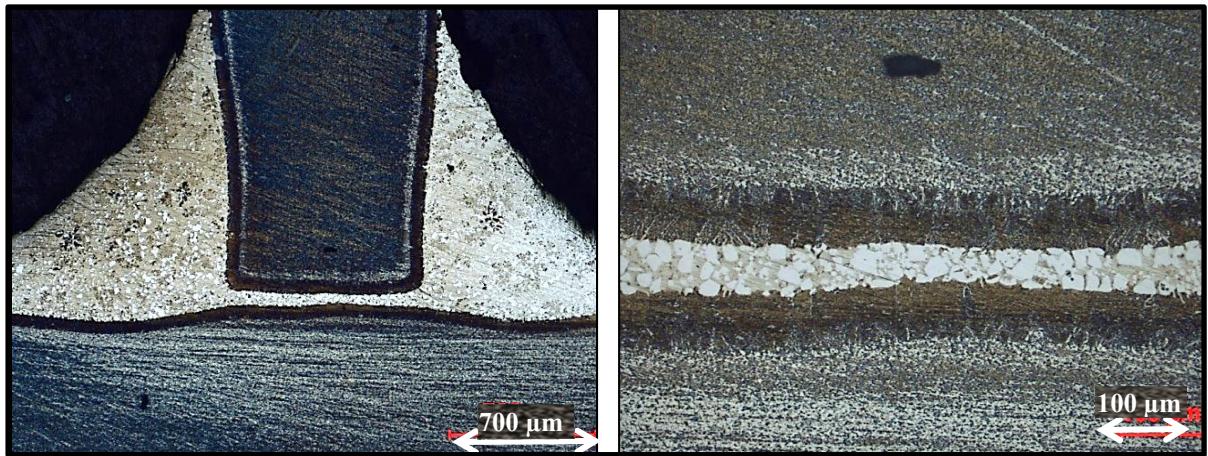


Figure 3.9 Joint brasé à 875°C pendant 80 minutes et de la pâte pour métal d'apport

Sur ces images, il est possible de remarquer qu'une nouvelle fois le métal d'apport est présent entre les deux plaques de Ti-6Al-4V après 80 minutes de brasage. De plus, des lamelles sont présentes au centre du joint mais sur une très faible épaisseur et en faible quantité. L'épaisseur de cette couche de lamelles est en moyenne de 17 μm alors que dans le cas du feuillard elle était de 28 μm , ce qui représente une importante différence lorsque la forme du métal d'apport change.

Un essai effectué avec de la pâte à 875°C pendant 20 minutes a conduit aux résultats présentés sur la Figure 3.10.



Figure 3.10 Joint brasé à 875°C pendant 20 minutes et de la pâte pour métal d'apport

Ces observations des joints brasés 20 minutes sont cette fois formelles et ne révèlent aucunement la présence de lamelles au cœur du joint. En outre, et comme dans le cas à 875°C durant 80 minutes, le métal d'apport est encore visible en fin de cycle entre les plaques de Ti-6Al-4V.

Le Tableau 3.3 répertorie et compare les différentes épaisseurs de couche de lamelles mesurées dans les joints.

Tableau 3.3 Épaisseurs des couches d'aiguilles dans les joints brasés à 870 et 875°C

Température (°C)	Durée (minutes)	Nature du métal d'apport	Épaisseur de la couche d'aiguilles (μm)
875	80	Feuillard	28
875	80	Pâte	17
875	20	Pâte	0

Ce tableau met en lumière une caractéristique notable : l'usage du feuillard facilite le développement des lamelles comparativement à la pâte à braser. La nature du métal d'apport utilisée a donc une réelle incidence sur le joint brasé. En effet, lorsque l'on utilise la pâte, le métal d'apport est en quantité plus importante en début de brasage. Ceci implique plus d'éléments doivent diffuser avant de faire apparaître les lamelles lors du refroidissement, on a alors plus d'érosion et des joints plus épais.

Comme développé dans la revue de littérature, la formation des lamelles dépend de nombreux paramètres, mais dans le cas présent la hausse de la température de brasage de 870 à 875°C ne peut justifier l'importante différence de l'épaisseur des couches mesurées. Ces différences doivent donc venir du cycle de brasage commandé qui est propre à chacun des fours utilisés et en particulier du refroidissement des joints après le maintien à la température de brasage. La Figure 3.11 représente l'évolution de la température des deux fours utilisés en fonction du temps, et ce, lors de la phase de refroidissement.

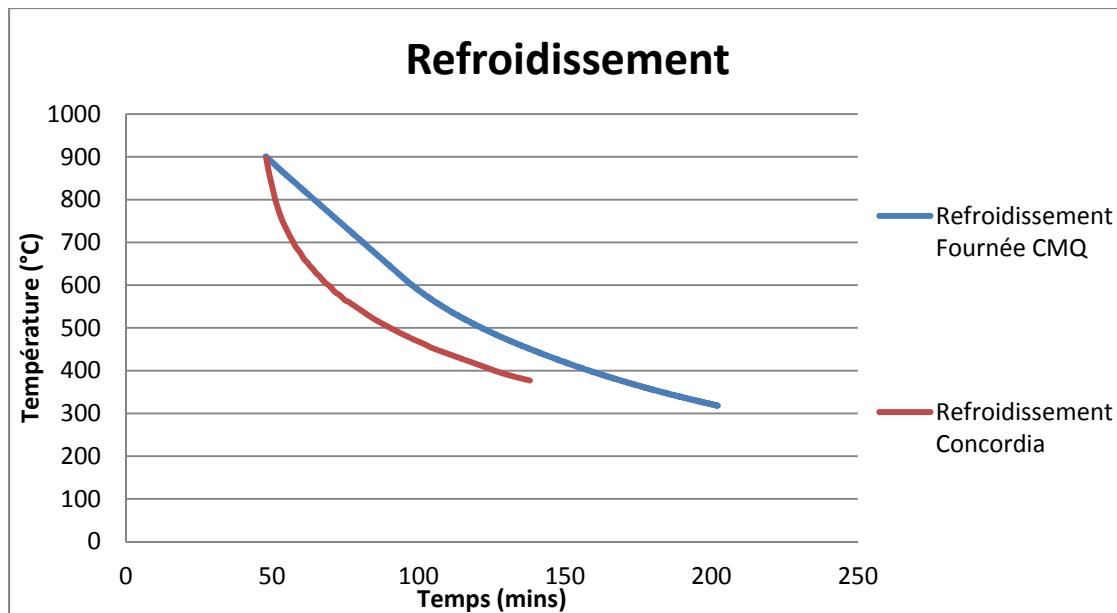


Figure 3.11 Comparaison du refroidissement des deux fours utilisés

La différence entre les deux températures s'établit finalement en début de refroidissement, et évoluent sensiblement de la même façon à partir de 600°C environ. Cependant, cette température de 600°C est atteinte en un peu moins de 20 minutes pour le brasage avec le four de Concordia, tandis qu'il faut compter 50 minutes pour le four du CMQ.

La vitesse de refroidissement a ici une importance capitale sur la formation de la microstructure lamellaire : plus il est rapide et plus le développement de la structure aciculaire est favorisé. Dans le cas du brasage à 875°C, l'absence de ces aiguilles est donc due à ce refroidissement qui n'est pas assez rapide. En pratique, il est commandé par une consigne de $-6^{\circ}\text{C}/\text{min}$ alors que pour le brasage à 870°C il n'est pas contrôlé et correspond au refroidissement naturel du four dans le laboratoire. Il est donc recommandé de refroidir les joints à la même vitesse que pour le four de Concordia, soit $-13^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

Enfin, l'usage de la pâte à braser comme métal d'apport est moins adapté à la formation de cette structure. L'ennui majeur avec la pâte est la difficulté de contrôler la quantité utilisée : elle est très visqueuse et sort par paquets de la seringue. De plus, l'étalement avant brasage est approximatif et après le brasage on voit que certaines parties sont clairement plus fournies

en métal d'apport que d'autres zones le long du joint. Toutes ces problématiques amènent à la question d'excès du métal d'apport qui pourra nécessiter un temps de brasage plus long pour le diffuser entièrement et pour qu'il n'apparaisse plus en fin de cycle entre les plaques.

3.2.2.2 Érosion et dissolution du métal de base

Cette section s'intéresse au phénomène d'érosion, ou de dissolution, du métal de base. Il entraîne une perte de matière de Ti-6Al-4V et se manifeste visuellement par une réduction de son épaisseur. La Figure 3.12 montre deux joints brasés à 875°C pendant 80 minutes avec dans un cas du feuillard et dans l'autre de la pâte comme métal d'apport, où l'érosion est évidente.

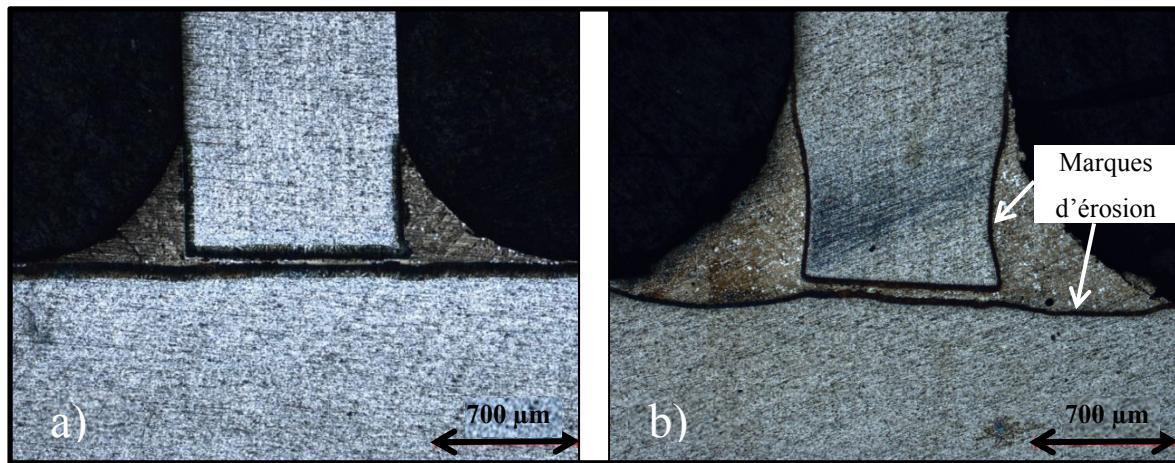


Figure 3.12 Joints brasés au CMQ à 875°C pendant 80 minutes avec a) du feuillard et b) de la pâte comme métal d'apport

Sur ces images l'effet de la dissolution du métal de base en fonction de la nature du métal de base est visible. En effet, le métal de base du joint brasé avec de la pâte présente des parties creusées et l'extrémité de la plaque verticale devient évasée. La perte de métal de base atteint même 10% de l'épaisseur totale initiale aux endroits les plus affectés par l'érosion. Ces observations ne sont pas valables pour le brasage avec le feuillard où seule une petite partie du Ti-6Al-4V est légèrement érodée.

Une explication de l'érosion du métal d'apport peut être donnée vis-à-vis de la température utilisée lors du cycle de brasage. En effet, si la calibration du four est défaillante, un dépassement de la température commandée peut être observé en fin de montée en température. Ce phénomène, qualifié d'*overshoot* en anglais, est récurrent lors de l'usage de four de brasage. En atteignant une température supérieure à celle commandée, une dissolution plus importante de métal de base est nécessaire pour atteindre l'équilibre comme expliqué dans la partie 1.2.4. Ainsi si la température atteinte est supérieure aux 875°C commandés alors l'érosion du métal de base peut venir de ce dépassement de température.

De plus, la dissolution importante du métal d'apport lors de l'utilisation de la pâte est une nouvelle fois la conséquence directe de la quantité de métal d'apport qui est en excès. En effet, lors du brasage les éléments du métal d'apport diffusent vers le métal de base, et réciproquement, cependant ici, le métal d'apport est en quantité telle qu'une importante épaisseur du Ti-6Al-4V réagit. La différence de quantité entre le feuillard et la pâte est difficile à établir du fait de la non homogénéité de la quantité le long du joint, cependant les rayons de raccordement donnent une idée de cette différence : ils sont en moyenne de 800 μ m dans le cas du feuillard et de 1500 μ m pour la pâte. Cet avantage que présente la pâte de produire des raccordements plus importants que le feuillard est un effet direct la quantité de métal d'apport qui est en excès provoquant d'importants problèmes de maîtrise du jeu de brasage et de dissolution du métal de base.

3.2.2.3 Contamination et oxydation des joints

A travers cette section, l'importance de l'atmosphère de brasage sera mise en avant. Pour le brasage à 870°C, les pressions utilisées étaient de l'ordre de 10⁻⁶ mbar, et avec le four utilisé pour 875°C, elles sont de 10⁻⁵ mbar dans le meilleur des cas. La Figure 3.13 représente deux joints brasés à 875°C pendant 20 minutes et sous des pressions de 10⁻⁵ mbar et de 10⁻² mbar.

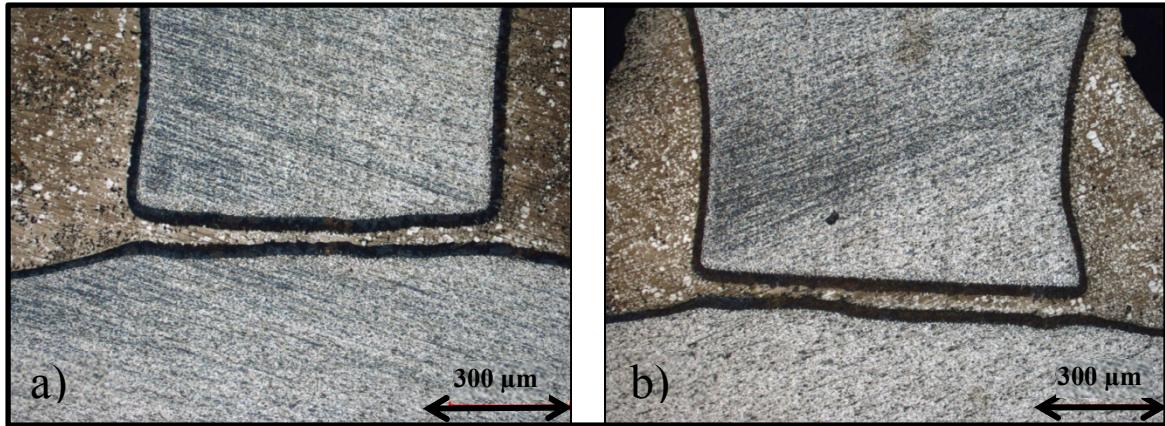


Figure 3.13 Joints brasés à 875°C pendant 20 minutes sous des pressions de
a) 10^{-5} mbar et de b) 10^{-2} mbar montrant la présence d'alpha case

Cette figure permet de mettre en avant la présence de petites taches blanches, nommées α -case, dans le métal d'apport et qui signifient une oxydation du joint. On peut remarquer que pour le brasage sous 10^{-2} mbar, ces taches sont nettement plus présentes que pour le vide de 10^{-5} mbar. Cette constatation confirme donc l'importance d'avoir un niveau de vide le plus bas possible afin d'éviter toute contamination de l'oxygène lors du brasage.

Cependant, la présence d' α -case à 10^{-5} mbar reste embarrassante car elle demeure être une pression relativement faible alors qu'une contamination apparaît pourtant. Le fait que le four soit utilisé pour braser d'autres métaux que le titane constitue l'explication la plus plausible pour expliquer la présence d' α -case. En effet, lors de sessions de brasage antérieures, certains éléments peuvent subsister dans le four, sur ses parois par exemple, et lors du brasage du titane ils représentent autant de contaminants potentiels.

La procédure consistant en un nettoyage et une longue purge du four a permis de remédier à ces problématiques de contrôle de l'atmosphère de brasage lors des expériences à Concordia. En outre, l'utilisation d'éponges de titane peut être une solution supplémentaire, afin de concentrer les contaminants vers ces éponges, délaissant ainsi les plaques de Ti-6Al-4V.

Finalement, ces essais à 875°C ont apporté de nombreux enseignements complémentaires aux résultats du brasage à 870°C. Ainsi, le refroidissement en fin de cycle s'avère d'une importance capitale du point de vue de la formation de la structure lamellaire : un

refroidissement trop lent ne rend pas son développement optimal. A l'instar du refroidissement utilisé à 870°C, il doit être le plus rapide possible. Les valeurs enregistrées à 870°C indiquent une baisse d'environ -13°C/min, ce qui est plus du double des -6°C/min relevés à 875°C. S'il n'est pas programmable, le refroidissement naturel du four dans son environnement convient et est suggéré.

Dans un second temps, l'érosion du métal de base a été soulignée et a montré que l'usage de la pâte multiplie ce phénomène pouvant entraîner une importante perte de matière. Ce constat est la conséquence de l'excès de pâte qui est employée et dont la quantité est difficilement contrôlable dans les conditions actuelles. En effet, en plus de l'imprécision due à la seringue utilisée, l'étalement de la pâte de manière uniforme le long du joint est extrêmement complexe et des disparités apparaissent selon les zones du joint concernées.

Finalement, le problème de maîtriser la quantité du métal d'apport s'illustre aussi pour le jeu de brasage lors de l'assemblage, qui est à la fois difficilement mesurable mais aussi inhomogène.

Enfin, l'atmosphère de brasage a un rôle primordial dans la qualité des joints, essentiellement pour éviter leur contamination. C'est ainsi que le niveau de vide doit se situer au minimum aux alentours de 10^{-5} mbar pour ne pas avoir de présence d' α -case.

De plus, le four doit être particulièrement propre et ne présenter aucune trace d'opérations de brasage précédentes qui pourraient interférer et contaminer le brasage du Ti-6Al-4V. L'utilisation d'un composant, comme par exemple des éponges de titane, piégeant les éléments réagissant avec ce dernier, peut s'avérer être une solution permettant de laisser sain l'assemblage à braser.

3.3 Résultats des essais à 900°C de joint en T et à recouvrement

Afin de quantifier l'importance de la température de brasage sur la nature des microstructures des joints observés, des essais de brasage ont été réalisés à 900°C et permettront de conclure sur la pertinence d'augmenter la température ou non. Les durées utilisées sont de nouveau 5, 10, 20, 40 et 80 minutes ce qui permettra également de conclure sur l'influence du temps de brasage et de déterminer le temps optimal à utiliser. Le cycle thermique de brasage employé est rappelé sur la Figure 3.14.

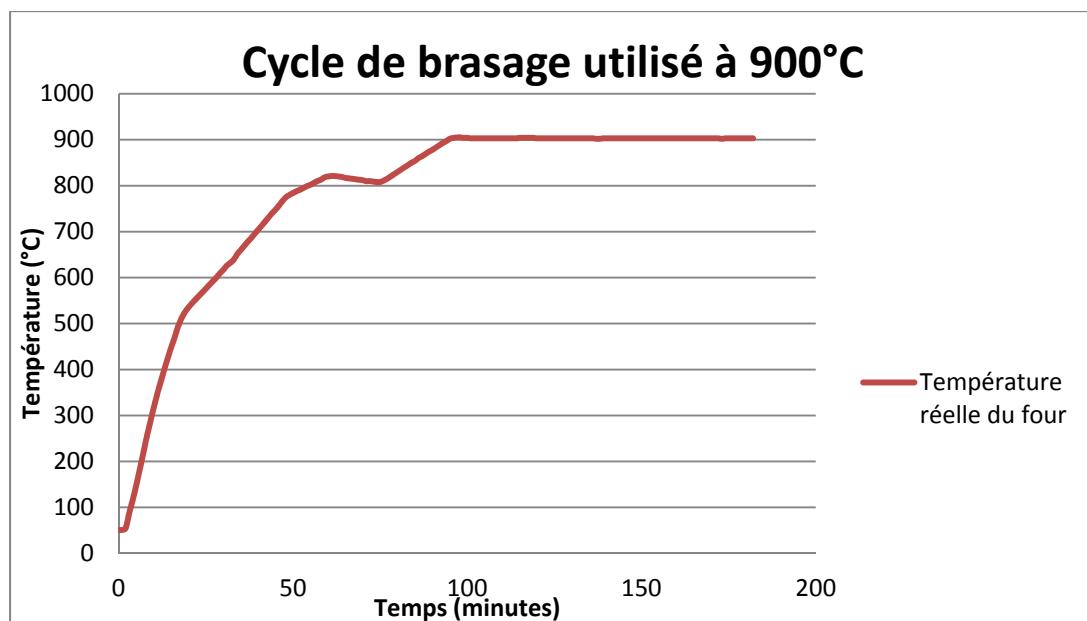


Figure 3.14 Cycle de brasage utilisé à 900°C

Tout au long de l'opération, le niveau de vide est maintenu aux alentours de 10^{-6} mbar et une purge à l'Argon est préalablement réalisée afin de prévenir toute oxydation des joints.

Le développement de cette section insistera sur l'évolution de la microstructure observée dans les joints en fonction du temps de brasage appliqué, puis sur la composition chimique des différentes zones du joint, suivie de mesures de microdureté en fonction du jeu entre les plaques de Ti-6Al-4V. Finalement, des observations menées sur des joints à recouvrement seront présentées et concluront ce chapitre avec les paramètres de brasage à utiliser pour le cas des alliages en question.

3.3.1 Microscopie optique

L'ensemble des résultats présentés s'appuie sur le brasage de 7 joints à 900°C pendant une durée de soit 5, 10, 20, 40 ou 80 minutes. Ces 7 joints ont chacun produit 3 échantillons ce qui amène à une base de résultats de 21 échantillons utilisés pour les différentes analyses menées. L'observation au microscope permet à la fois d'identifier les couches présentes dans chacun des joints, et leur mesure donne leur évolution en fonction du temps de brasage appliqué.

3.3.1.1 Zones observées

A l'instar du brasage à 870°C et 875°C, les mêmes zones caractéristiques peuvent être observées pour les joints fabriqués à 900°C. Celles-ci sont les suivantes et sont repérées sur la Figure 3.15 :

- Une couche composée d'aiguilles : marquée par la lettre A, elles sont caractéristiques de la microstructure en lamelles et sont également entourées de la phase β stabilisée par les éléments d'apport ;
- La zone d'interdiffusion : marquée par la lettre B, elle est la plus sombre du joint et se trouve en bordure des lamelles ;
- Le métal d'apport : marqué par la lettre C, il se trouve entre les deux plaques de Ti-6Al-4V et sur les côtés du joint pour former le raccordement, il est d'une couleur brunâtre ;
- Les deux plaques de Ti-6Al-4V : marquées par la lettre D, l'une est horizontale tandis que l'autre est verticale et présentent toutes deux une structure standard de grains α équiaxes avec la phase β entre ces grains là.

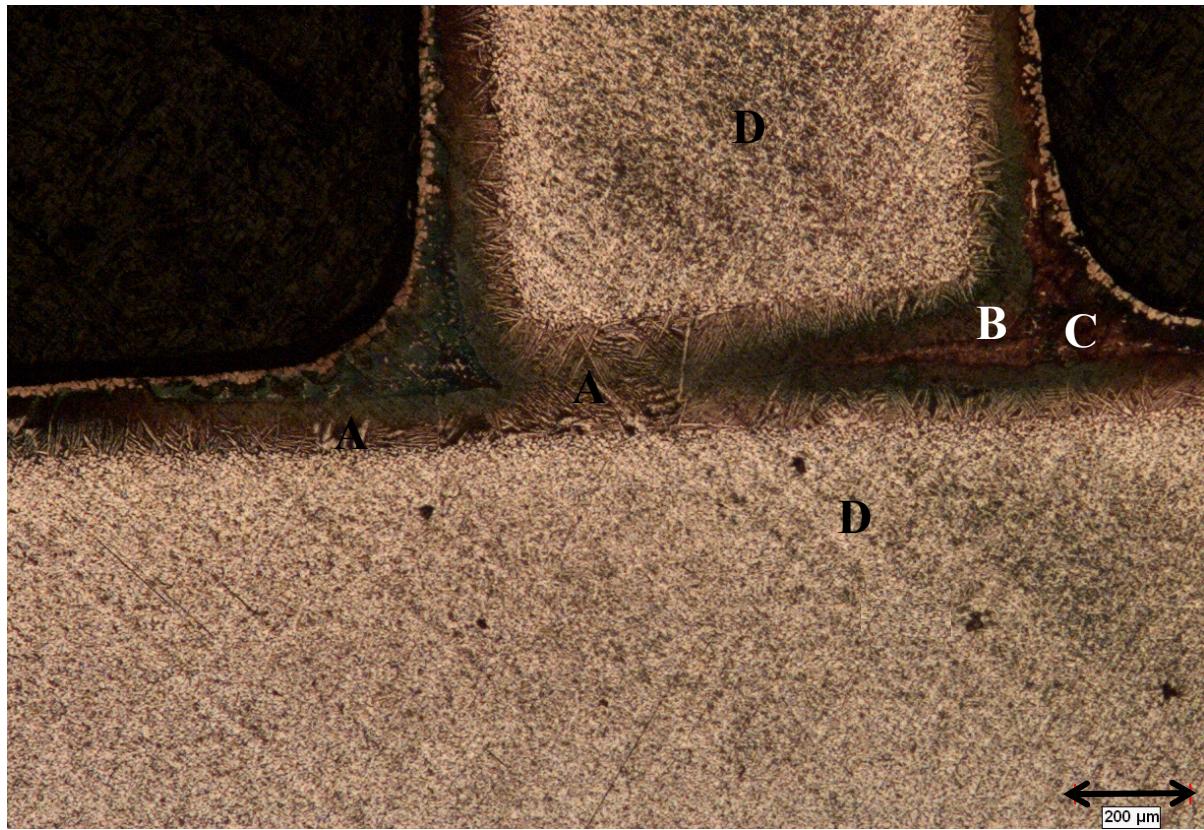


Figure 3.15 Photographie d'un joint brasé à 900°C pendant 80 minutes

La Figure 3.15 est une photographie particulièrement représentative des cas que l'on peut rencontrer dans la mesure où toutes les zones sont présentes sur un même joint, en particulier les lamelles. Ces dernières se regroupent d'ailleurs sur l'extrême gauche de l'échantillon, soulignant de cette façon la qualité et la réussite partielles du brasage.

En effet, le problème de perpendicularité empêche la formation de cette microstructure en intégralité entre les deux plaques. La Figure 3.16 illustre elle aussi le défaut de perpendicularité mentionné, cette fois sur un joint brasé à 900°C mais pendant respectivement 40 minutes.

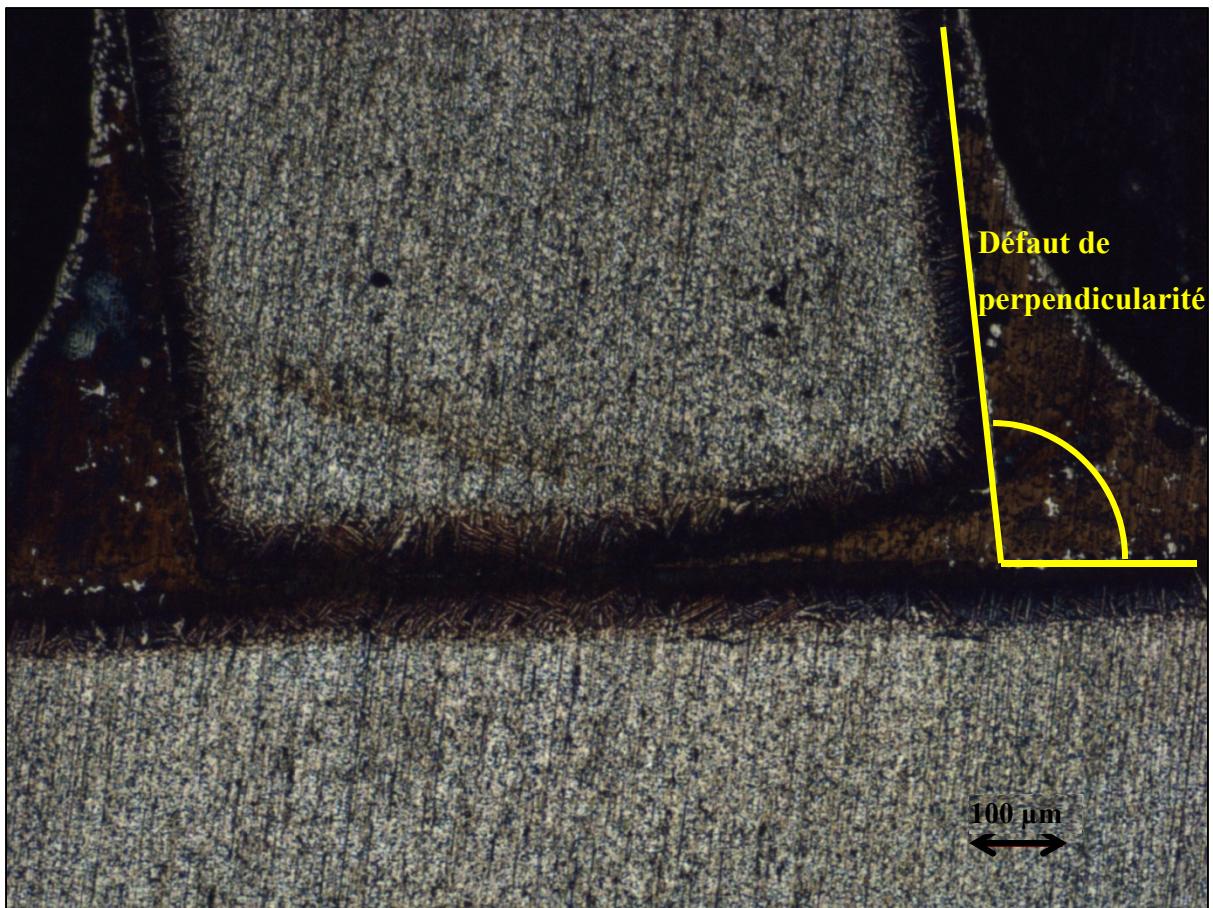


Figure 3.16 Mise en évidence du défaut de perpendicularité sur un joint brasé à 900°C pendant 40 minutes

Outre le problème de perpendicularité des deux plaques de Ti-6Al-4V, la Figure 3.16 rend compte de l'influence du temps de brasage sur l'aspect général du joint. Dans cette expérience menée pendant 40 minutes, des lamelles sont visibles dans le joint, en revanche, aucun rassemblement de cette microstructure n'est visible entre les deux plaques, contrairement au joint brasé pendant 80 minutes. De plus, et bien que la microstructure équiaxe du Ti-6Al-4V soit conservée, les autres couches décrites précédemment apparaissent mais sur des épaisseurs visiblement inférieures. La section suivante s'intéressera à la quantification de ces épaisseurs et à leur évolution avec le temps de brasage.

3.3.1.2 Évolution avec le temps

Afin de mettre en évidence l'influence du temps de brasage sur la microstructure des joints, la mosaïque représentée en Figure 3.17 a été créée en proposant les observations des différentes zones, balayant ainsi la plage de temps allant de 5 à 80 minutes.

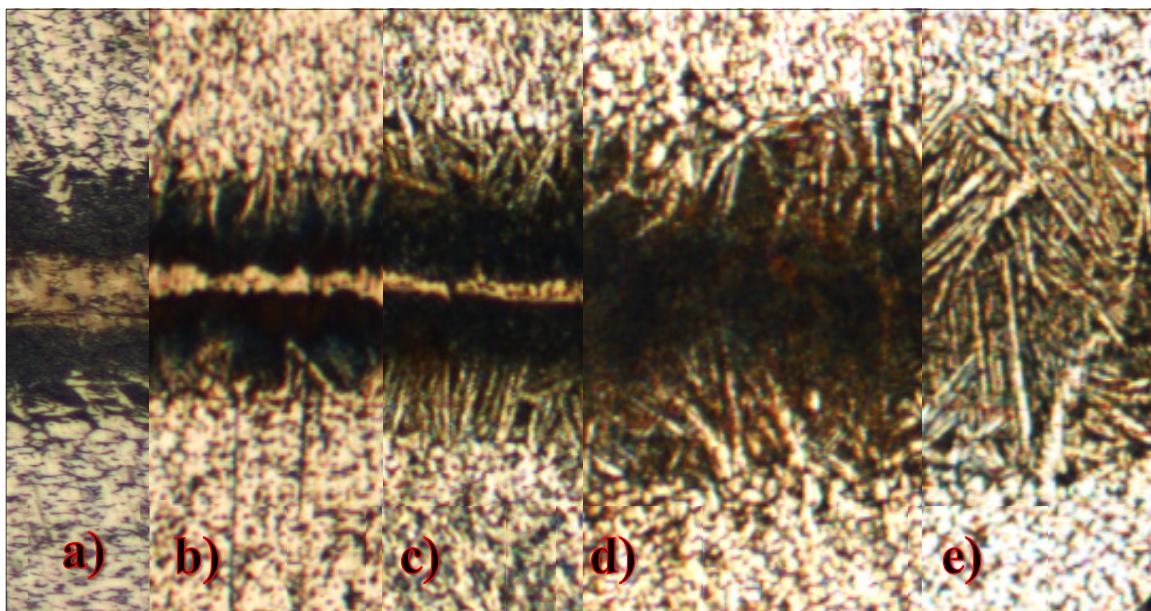


Figure 3.17 Microstructure de joints brasés à 900°C pendant a) 5, b) 10, c) 20, d) 40 et e) 80 minutes

Cette Figure 3.17 est un élément qualitatif qui permet de remarquer l'évolution de l'épaisseur des différentes couches en fonction du temps de brasage. C'est ainsi que l'augmentation de la durée contribue à la disparition progressive du métal d'apport entre les deux plaques et, dans le même temps, à l'augmentation de l'épaisseur de la couche d'aiguilles. Comme pour 870°C et pour les mêmes raisons, la couche d'interdiffusion évolue selon deux tendances : une augmentation suivie d'une baisse jusqu'à sa totale disparition, au profit d'une microstructure de lamelles omniprésentes.

La Figure 3.18 dénote de manière quantitative l'évolution de l'épaisseur de la zone d'interdiffusion, de la zone de lamelles et de l'épaisseur du métal d'apport pour chacun des joints selon leur durée de brasage.

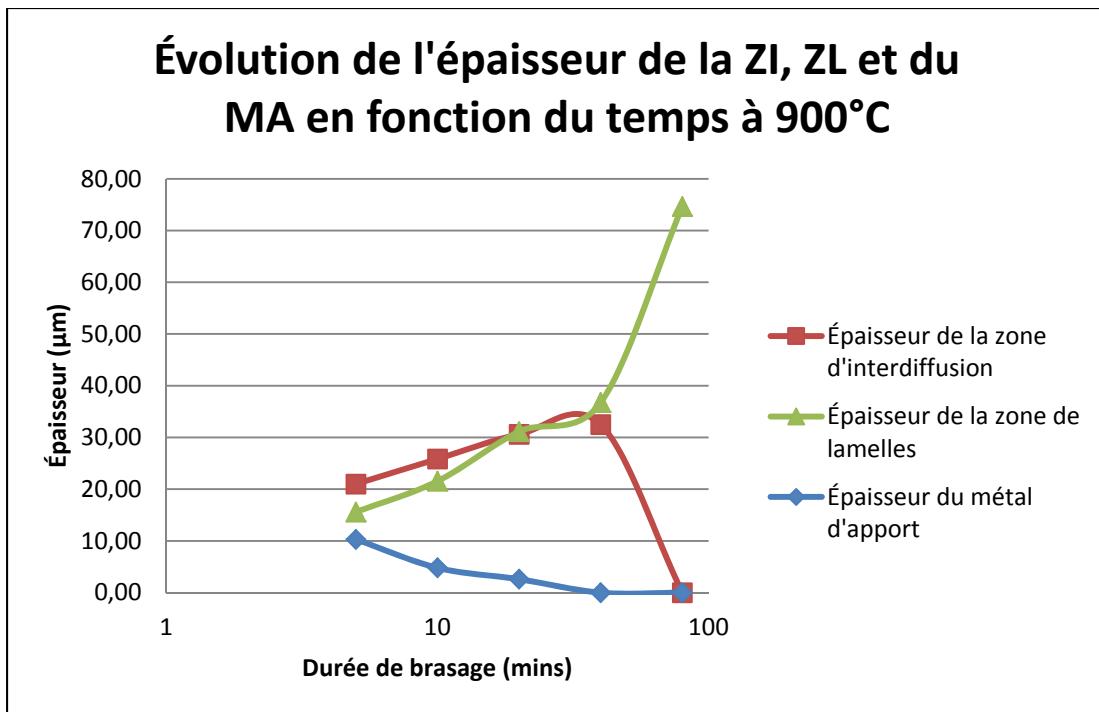


Figure 3.18 Évolution de la ZI, de la ZL et de l'épaisseur du métal d'apport à 900°C

Ce graphe est éloquent et confirme l'impression visuelle relatée précédemment : la couche d'interdiffusion augmente avec le temps et finit par diminuer aux alentours de 40 minutes pour finalement ne plus être mesurée après 80 minutes.

Pour sa part, l'épaisseur de la zone de lamelles augmente avec la durée de brasage et l'on observe une augmentation plus importante aux environs de 40 minutes de brasage. Cette courbe apparaît complémentaire à celle décrivant l'évolution de la couche d'interdiffusion : la diminution de cette dernière semble correspondre à une augmentation de l'épaisseur de la zone de lamelles. La disparition du métal d'apport et ces évolutions complémentaires de la zone d'interdiffusion et de la couche de lamelles s'expliquent une nouvelle fois par l'homogénéisation de la composition chimique du joint avec l'augmentation de la durée de brasage. Cette homogénéisation sera démontrée dans une section ultérieure avec la mesure de composition chimique des différentes zones du joint grâce au microscope électronique à balayage.

3.3.1.3 Comparaison des différentes épaisseurs à 870°C et 900°C

Les tendances décrites à 870°C et 900°C concernant aussi bien les épaisseurs des zones d'interdiffusion et de lamelles mais aussi de la disparition du métal d'apport apparaissent comme relativement similaires. Les figures suivantes comparent ces trois différentes grandeurs selon la température auxquelles les pièces sont soumises.

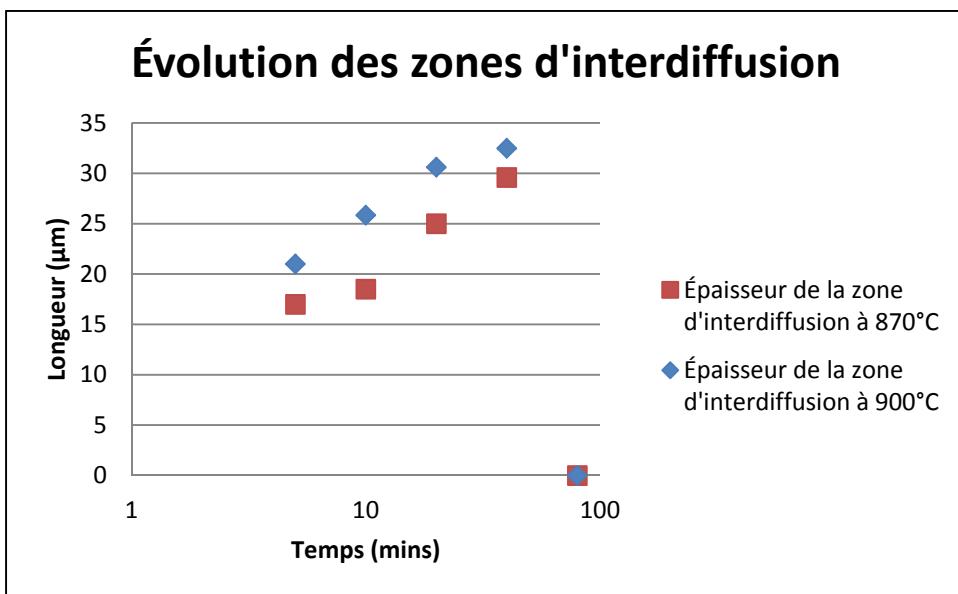


Figure 3.19 Évolution des zones d'interdiffusion à 870 et 900°C en fonction du temps de brasage

La différence de température de 30°C a une influence dans les valeurs de l'épaisseur de la ZI avec des mesures supérieures d'environ 8% à 900°C par rapport à 870°C. En revanche, les tendances sont exactement similaires et quelle que soit la température, on observe une augmentation, jusqu'à environ 40 minutes, puis une disparition totale mesurée pour 80 minutes de brasage. Le fait que les maxima soient mesurés pour 40 minutes et la disparition étant totale au bout de 80 minutes, il apparaît raisonnable de penser que la disparition de la ZI intervient plus vite à 900°C. Ceci est un avantage certain dans l'optique du gain de temps dans le procédé et est appuyée par les mesures de la disparition du métal d'apport dans le joint, présentée en Figure 3.20.

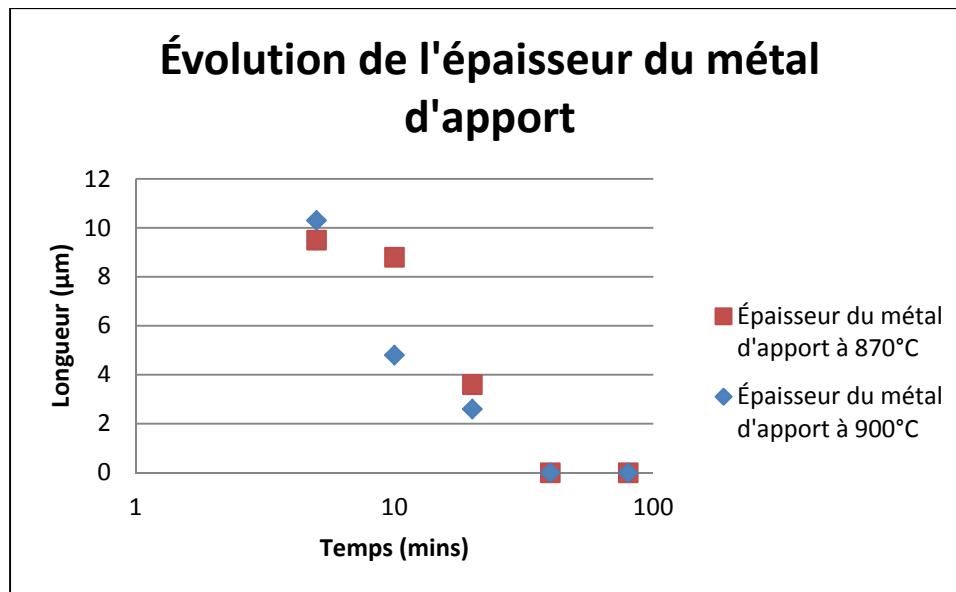


Figure 3.20 Évolution de l'épaisseur du métal d'apport à 870 et 900°C

Sur cette figure l'épaisseur du MA décroît selon les deux températures et n'est plus discerné au bout de 40 minutes de brasage. Les tendances sont très similaires, avec des valeurs à 900°C dans l'ensemble légèrement inférieures à celles de 870°C et également une disparition du métal d'apport qui semble intervenir une nouvelle fois plus rapidement.

Dans le cas de l'épaisseur de la zone de lamelles, les différences sont un peu plus accentuées et peuvent être remarquées sur la Figure 3.21

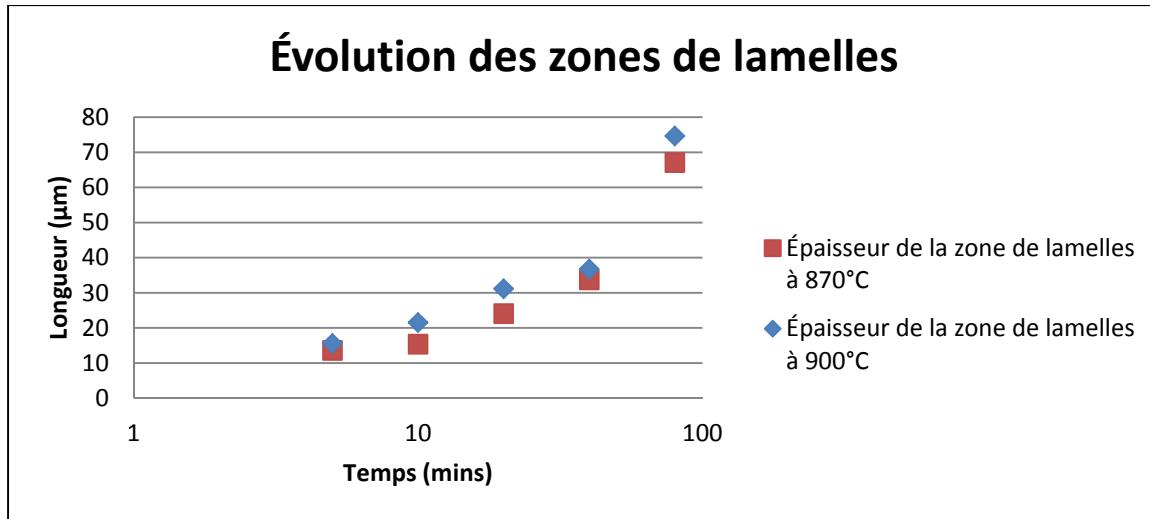


Figure 3.21 Évolution des zones de lamelles à 870°C et 900°C en fonction du temps de brasage

Sur cette figure les évolutions de l'épaisseur de la zone de lamelles sont exactement similaires avec des augmentations tout au long du procédé. La seule différence notable concerne la longueur de la ZL après 80 minutes de brasage qui est supérieure d'un peu plus de 10% à 900°C par rapport à 870°C.

Ces quelques différences entre les deux températures nous fournissent malgré tout des informations intéressantes pour le procédé de brasage. En effet, pour une température de 900°C le métal d'apport et la zone d'interdiffusion disparaissent plus rapidement qu'à 870°C ce qui implique un certain gain de temps. De plus, la zone de lamelles à 900°C est plus épaisse qu'à 870°C et fournit donc un assemblage du joint sur une longueur plus importante ce qui lui confère une microstructure en lamelles plus développée et plus présente.

3.3.2 Microscopie électronique à balayage

L'objectif de cette section sur l'observation au Microscope Électronique à Balayage sera d'analyser la composition chimique des joints à 900°C mais aussi d'observer et de repérer les différentes zones mentionnées précédemment. On pourra ainsi expliquer la formation, la présence et le développement des couches caractéristiques.

3.3.2.1 Zones observées

Les images présentées en Figure 3.22 et Figure 3.23 correspondent à un échantillon tiré d'un joint brasé à 900°C pendant 80 minutes. Cet échantillon servira à la fois pour caractériser les différentes zones observables ainsi que pour les mesures de composition chimique.

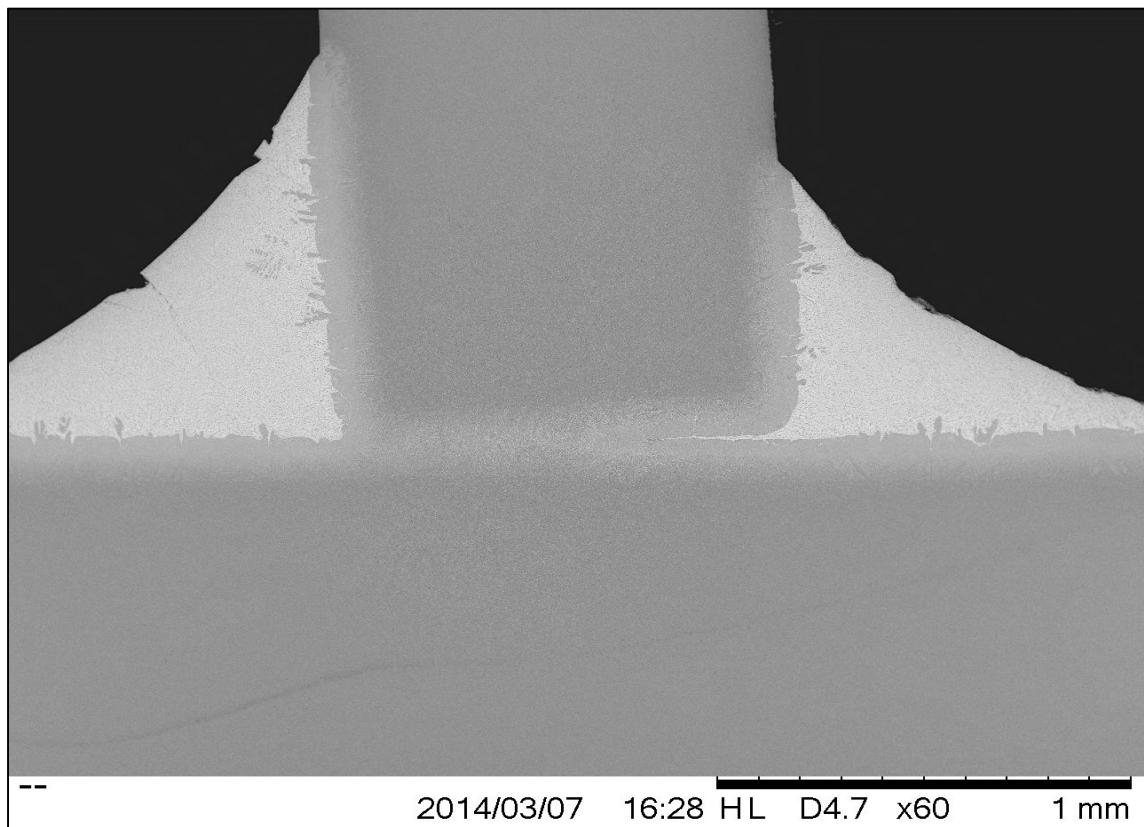


Figure 3.22 Image prise au MEB d'un joint brasé à 900°C pendant 80 minutes (x60)

Une nouvelle fois, cet échantillon est parfaitement adapté car il présente toutes les zones caractéristiques possibles et qui sont présentées sur la Figure 3.23 par les lettres :

- A : Microstructure lamellaire, caractérisée par des aiguilles allongées dans une matrice de β ;
- B : Couche d'interdiffusion composée d'éléments d'apport et de base, résultant de la diffusion du métal d'apport vers le métal de base et de la dissolution de ce dernier ;

- C : Métal d'apport non dissout et se trouvant entre les plaques de Ti-6Al-4V et sur leurs côtés ;
- D : Métal de base, plaques de Ti-6Al-4V, structure duplex de grains α dans une matrice de β .

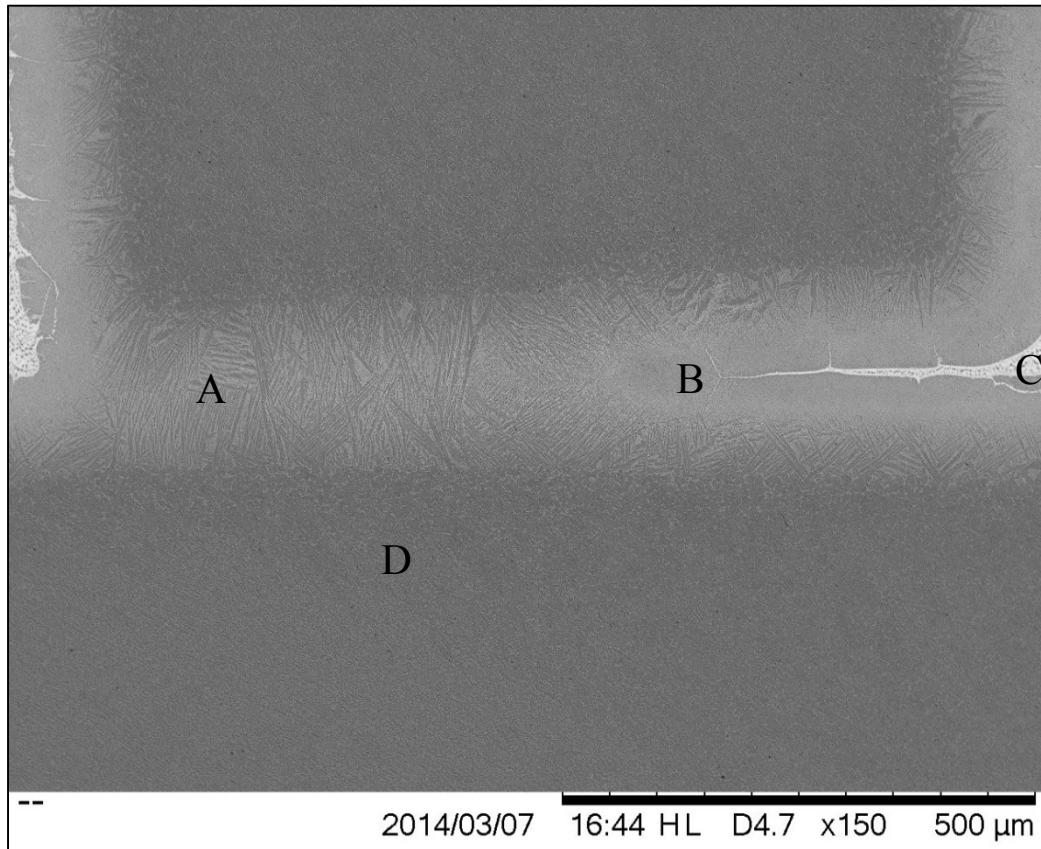


Figure 3.23 Image prise au MEB d'un joint brasé à 900°C pendant 80 minutes (x150)

Mis à part le fait d'observer les zones caractéristiques et de confirmer les premières observations menées en microscopie optique, la qualité du brasage peut également être évaluée : ici l'échantillon présente un défaut de perpendicularité ce qui amène à un écartement variable entre les deux plaques de Ti-6Al-4V. La présence du métal d'apport entre les plaques en est la conséquence finale et constitue un inconvénient majeur au niveau de la résistance mécanique du joint brasé car, comme le démontreront les essais de microureté, il est le siège d'éléments fragilisant.

3.3.2.2 Composition chimique des zones

Les mesures de composition chimique de cette section auront pour but de mieux comprendre quels sont les éléments qui diffusent dans le joint et quantifier la présence de chacun dans les différentes couches.

La Figure 3.23 fait apparaître les différents points de mesures qui sont répertoriés dans le Tableau 3.4.

Tableau 3.4 Composition chimique des différentes zones pour le brasage à 900°C

	Ti-6Al-4V	ZL	ZI	MA
Element	[norm. wt.%]	[norm. wt.%]	[norm. wt.%]	[norm. wt.%]
Titanium	91,8	80,8	75	58,3
Aluminium	4,7	3,7	7,9	9,3
Vanadium	2,2	2,4	2,7	2,3
Copper	0,8	5,3	6,7	15,2
Nickel	0,4	3,7	6,5	13,3
Zirconium	0,1	4,1	1,25	1,4

La mesure de composition chimique effectuée dans le Ti-6Al-4V équiaxe est très similaire que celle d'origine avec des traces infimes de cuivre, nickel et zirconium, qui contrebalaient avec les éléments aluminium et vanadium légèrement moins présents que nominalement.

La disparition de ces éléments est plus significative pour les mesures dans la structure lamellaire, au profit des éléments d'apport, avec le cuivre deux fois plus présent que les deux autres atomes.

En s'éloignant davantage des plaques de Ti-6Al-4V vers le centre du joint on se retrouve dans la zone d'interdiffusion où les concentrations des différents éléments évoluent là encore dans le sens de la diminution du titane, de l'aluminium et du vanadium. En contrepartie, ce sont les éléments d'apport qui apparaissent encore davantage, avec une nouvelle fois le cuivre en quantité plus importante que le zirconium et le nickel.

Enfin, lorsque l'on se place dans le métal d'apport, entre les deux plaques de Ti-6Al-4V, la composition se rapproche alors de celle du métal d'apport originel qui comprend 20% des éléments nickel, cuivre et zirconium. Dans le cas présent, de telles concentrations ne sont pas atteintes, la tendance est bien à la disparition de l'aluminium et du vanadium en lieu et place des éléments d'apports cités. De plus, il est intéressant de noter que contrairement aux mesures dans les autres zones du joint, le cuivre est dans ce cas l'élément le moins présent, ce qui renseigne sur un appauvrissement du métal d'apport..

Ces différentes mesures de composition chimique sont particulièrement intéressantes car elles permettent de voir l'évolution des concentrations selon la zone de mesure. Ainsi, les différences entre le Ti-6Al-4V équiaxe, la zone de lamelles et la zone d'interdiffusion sont faibles : l'enrichissement en éléments d'apport est progressif tel que dans la zone d'interdiffusion ils représentent 21% de la composition totale. Les compositions dans ces 3 zones sont donc relativement proches et homogènes avec des gradients de concentrations faibles. En revanche, la différence entre la couche d'interdiffusion et le métal d'apport est conséquente : les éléments d'apport représentent alors 38% de la composition totale mesurée, ce qui se rapproche finalement des 60% qu'ils constituent originellement dans le feuillard.

3.3.3 Microdureté

Les résultats des essais de microdureté présentés dans cette partie auront pour objectifs principaux de montrer l'importance du choix de la durée de brasage en concordance avec un jeu maîtrisé afin de retrouver une microstructure lamellaire en fin de cycle.

La Figure 3.24 présente ainsi la carte de microdureté d'un joint brasé à 900°C pendant 80 minutes. Il est à la fois possible d'y observer en arrière-plan le joint photographié et les valeurs de dureté avec leurs variations qui y sont superposées.

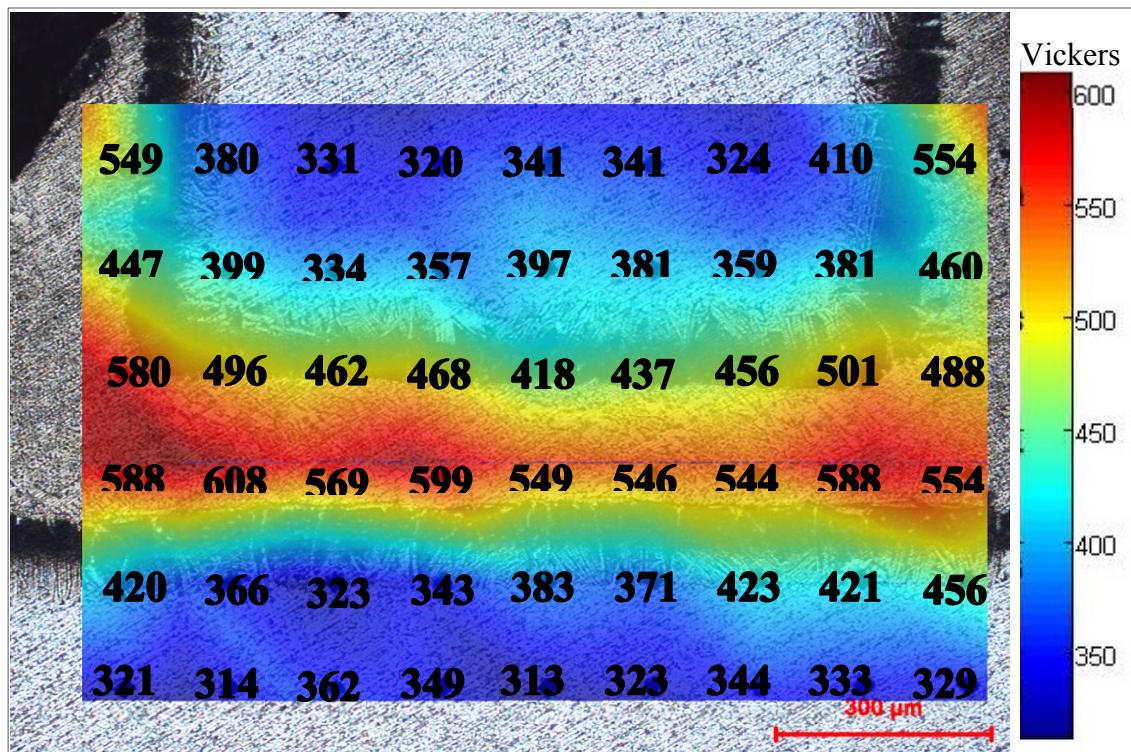


Figure 3.24 Carte de microdureté d'un joint brasé à 900°C pendant 80 minutes

Le joint étudié sur la Figure 3.24 a été brasé à 900°C pendant 80 minutes mais le jeu de brasage initial de 50μm, correspondant à l'épaisseur du feuillard utilisé, n'a visiblement pas été respecté car en fin d'opération il est encore supérieur à cette valeur. Le métal d'apport se trouvant encore entre les plaques est la conséquence directe du jeu de brasage non maîtrisé. La carte de microdureté renseigne ici l'évolution de la dureté dans le joint en fonction des positions mesurées, en particulier entre les deux plaques de Ti-6Al-4V. C'est ainsi que la dureté augmente de manière très importante dans le métal d'apport avec des valeurs de l'ordre de 560 HV, très supérieures aux relevés effectués dans les plaques qui sont de l'ordre de 390 HV. En revanche, lorsque les mesures concernent la couche d'aiguilles et la couche d'interdiffusion, la dureté augmente légèrement aux alentours de 440 HV. Ces écarts sont le

signe de l'hétérogénéité des structures dans le joint ce qui le rend particulièrement fragile de par la présence du métal d'apport au centre, caractérisée par de grandes variations et de grandes valeurs de microdureté. La durée appliquée de 80 minutes est ici trop faible pour permettre la disparition du métal d'apport occupant un jeu de brasage bien supérieur à l'épaisseur de 50 µm du feuillard utilisé initialement.

Au contraire, la Figure 3.25 illustre un joint qui ne comprend pas de métal d'apport entre les deux plaques. Il a été brasé selon les mêmes conditions, à savoir 900°C pendant 80 minutes, mais ici le jeu initial n'a pas été excessif.

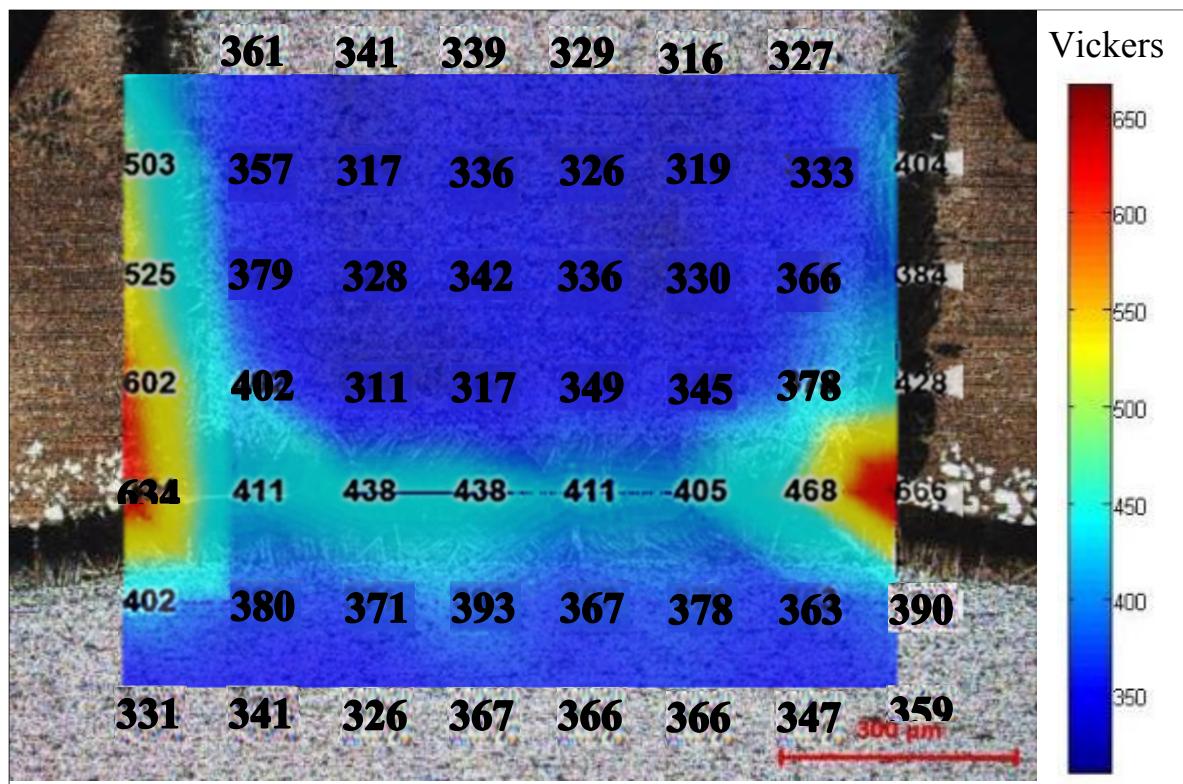


Figure 3.25 Carte de microdureté d'un joint brasé à 900°C pendant 80 minutes

Dans ce cas, la carte de microdureté est très équivoque et renseigne directement sur la qualité de brasage du joint. En effet, la photographie prise au microscope optique ne révèle aucune présence de métal d'apport entre les plaques du T, ce qui est directement confirmé par les valeurs de microdureté. Les mesures réalisées à l'intersection de l'échantillon sont toutes de l'ordre 420 HV, ce qui tranche avec celles situées sur les raccordements du joint qui avoisinent les 600 HV. L'augmentation de la microdureté relevée au centre peut être

considérée comme légère par rapport aux valeurs du Ti-6Al-4V qui sont de l'ordre de 350 HV. Ces faibles augmentations sont autant de signes que des phrases fragilisant le joint sont absentes. De plus, les faibles différences entre les plaques de Ti-6Al-4V, la couche de lamelles et la couche d'interdiffusion témoignent de la bonne homogénéité des phases créées et ainsi de la combinaison temps-température adaptée au brasage.

L'ensemble des données récoltées lors de ces essais à 900°C sont très importantes et intéressantes pour mieux connaître l'influence du paramètre temps dans le processus de brasage. Ainsi, les mesures d'épaisseurs des différentes couches ont prouvé qu'une durée estimée à au moins 40 minutes permettait de voir la réduction de l'épaisseur de la zone d'interdiffusion au profit de la zone de lamelles. L'épaisseur de cette zone atteint environ 75 μm au bout de 80 minutes de brasage à 900°C, ce qui est la durée la plus adaptée pour leur développement. En effet, elles apparaissent pour chaque durée mais lorsque la durée est prolongée les conditions sont davantage réunies pour observer leur croissance de part et d'autre de chacune des deux plaques de Ti-6Al-4V du joint en T, ce qui tend à leur réunion à cette intersection. Les relevés de composition chimique apportent des éléments sur la nature des éléments qui diffusent dans le joint et sur leur quantité dans chacune des zones identifiées. C'est ainsi que le cuivre est l'élément qui migre le plus loin vers le métal de base contrairement au zirconium qui reste localisé à proximité du métal d'apport. Enfin, les mesures de microdureté apportent des informations complémentaires sur la qualité des joints en particulier sur l'influence de la présence du métal d'apport dans le joint. Il correspond en effet à une partie dont la dureté est bien supérieure aux plaques de Ti-6Al-4V ou encore aux zones d'interdiffusion et de lamelles. Malgré la durée de 80 minutes il est possible de rencontrer ce métal d'apport à l'intersection des plaques lorsque le jeu de brasage initial est trop important. Ce cas est le plus critique car il introduit une fragilité dans l'échantillon à l'endroit où l'assemblage devrait être le plus aboutit. Cependant, lorsque le jeu est maîtrisé et la durée suffisamment importante, les valeurs de microdureté varient peu dans le joint et les gradients de dureté sont faibles et finalement caractéristiques d'une bonne homogénéité des éléments présents dans le joint.

3.3.4 Brasage de joints à recouvrement

D'après l'ensemble des données récoltées à 900°C, deux informations particulièrement intéressantes apparaissent :

1. La zone d'interdiffusion disparait à partir d'environ 40 minutes, au profit d'une microstructure totalement lamellaire ;
2. Lorsque le jeu de brasage est maîtrisé et les durées de brasage suffisamment importantes, on observe une très bonne homogénéité et l'absence d'éléments fragilisant dans le joint.

C'est pour ces deux raisons là que des essais supplémentaires sur des joints à recouvrement ont été effectués. L'objectif étant de valider les observations menées sur les joints en T avec des joints dont le jeu de brasage initial est maîtrisé en suivant les précautions qui se sont précisées au cours des précédents essais. Ainsi le protocole expérimental reste identique aux joints en T, les paramètres de brasage sont une température de brasage de 900°C et deux durées de 40 et 80 minutes, avec utilisation d'un feuillard de 50µm d'épaisseur disposé entre deux plaques de Ti-6Al-4V. La Figure 3.26 schématise ce montage de brasage.

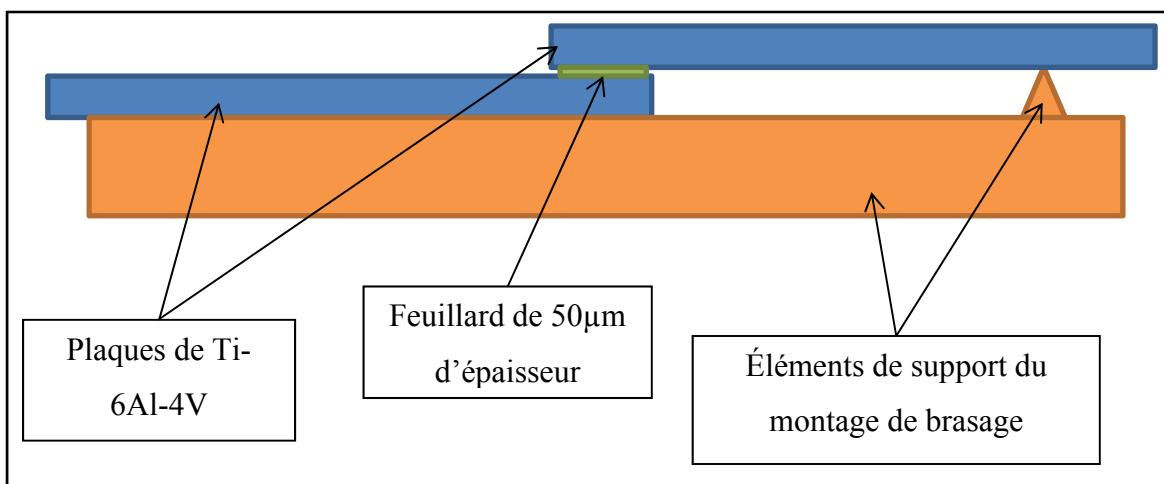


Figure 3.26 Schéma du montage utilisé pour le brasage de joints à recouvrement

3.3.4.1 Brasage pendant 40 minutes

L'objectif de cet essai de brasage d'un joint à recouvrement d'une durée de 40 minutes est de déterminer si cette durée est suffisante pour obtenir exclusivement une microstructure à lamelles à 900°C. La photographie d'une partie de ce joint est donnée sur la Figure 3.27.



Figure 3.27 Joint à recouvrement brasé à 900°C pendant 40 minutes

Cette image est très représentative de la forme de la microstructure dans le joint. Ainsi sur toute sa longueur, on observe de très fines régions où la microstructure à lamelles est présente. Ces lamelles sont finalement présentes sur une longueur qui représente environ 20% de la longueur totale du joint. Le reste de la microstructure consiste en une zone d'interdiffusion entre les plaques de Ti-6Al-4V.

Ces résultats sont quelque peu décevants dans le sens où l'objectif ultime est le développement de lamelles au centre du joint, cependant, ils sont rassurants car aucune trace de métal d'apport n'a été constatée en fin de brasage.

3.3.4.2 Brasage pendant 80 minutes

En doublant la durée de brasage à 80 minutes, l'objectif est de favoriser la formation des lamelles au centre du joint pour n'observer que cette microstructure. Les images proposées sur la Figure 3.28 sont les observations au microscope optique d'un joint à recouvrement brasé à 900°C pendant 80 minutes.

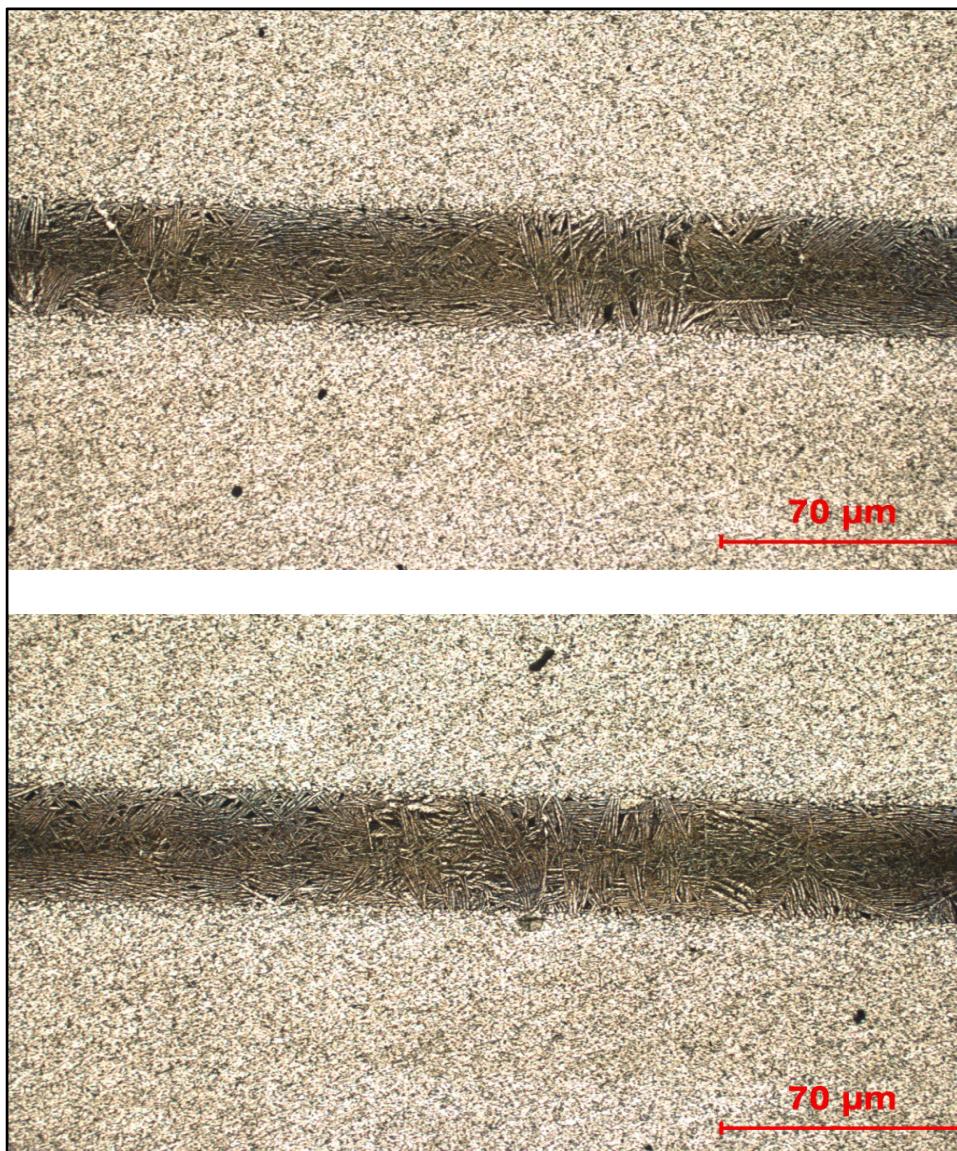


Figure 3.28 Joint à recouvrement brasé à 900°C pendant 80 minutes

Ces images sont très intéressantes et très satisfaisantes car la réussite du brasage est directement visible avec les lamelles présentes dans le joint. En effet, lors de cet essai cette microstructure est présente sur 75% de la longueur totale du joint, les autres parties consistant en de très fines zones d'interdiffusion. En augmentant la durée de brasage à 900°C à 80 minutes, la microstructure fait ainsi apparaître très majoritairement des lamelles présentant les caractéristiques mécaniques les plus intéressantes dans le cadre du brasage du Ti-6Al-4V.

3.3.4.3 Composition chimique dans le joint

Des mesures de composition chimique ont été réalisées afin de rendre compte de leur évolution en fonction de la position dans le joint. Ces mesures se situent dans les rayons de raccordement à l'extrémité des joints à recouvrement, afin que le métal d'apport soit en excès. En utilisant les deux durées de 40 et 80 minutes on rendra ainsi compte de l'influence du temps sur la diffusion des éléments.

Les Figure 3.29 et Figure 3.30 représentent les lieux où les mesures de composition ont été réalisées, en partant du métal d'apport pour arriver au métal de base et sa structure équiaxe pendant respectivement 40 et 80 minutes de brasage à 900°C. Pour le brasage pendant 40 minutes la largeur du métal d'apport est de 36,1 µm et de 59 µm pour 80 minutes.

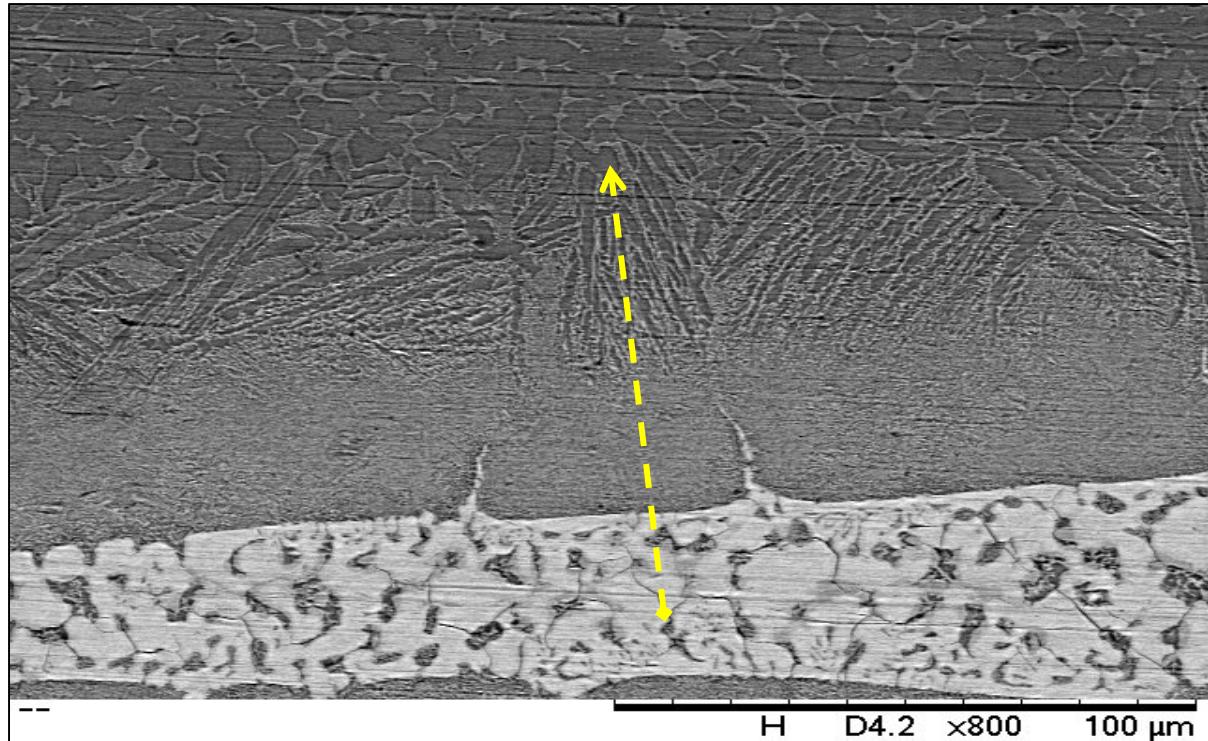


Figure 3.29 Position des mesures de composition chimique à 900°C pendant 40 minutes

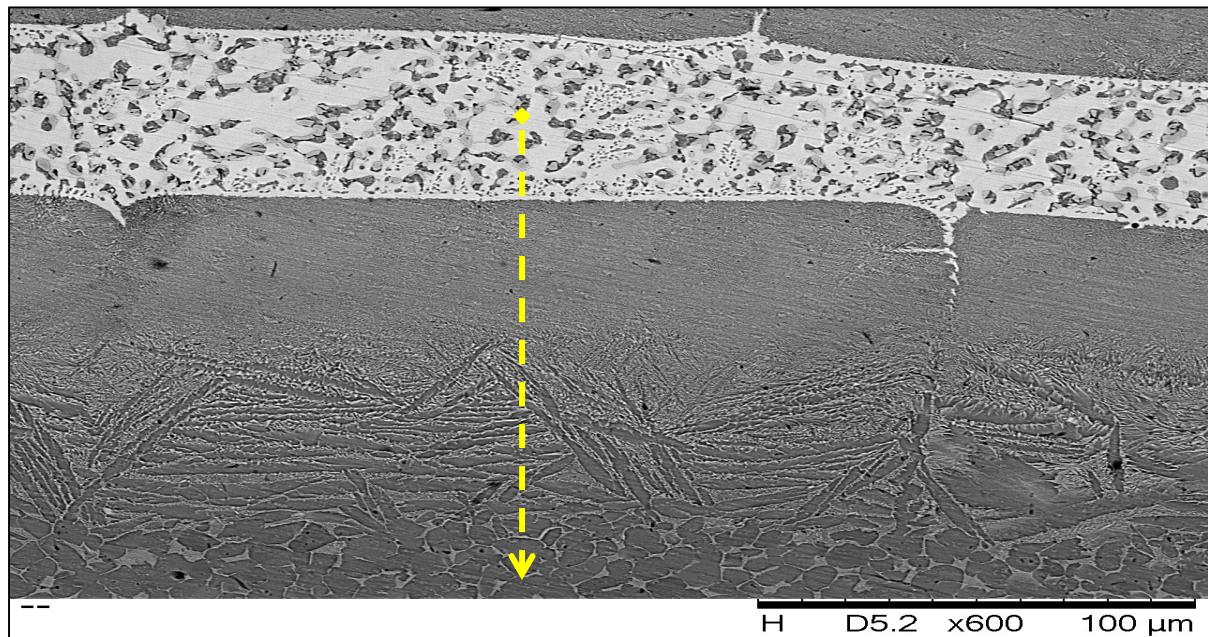


Figure 3.30 Position des mesures de composition chimique à 900°C pendant 80 minutes

La composition de chaque élément (titane, aluminium, vanadium, zirconium, cuivre et nickel) est mesurée tous les 9 μm suivant une ligne droite et l'évolution est donnée sur les Figure 3.31 et 3.32 pour des durées de 40 et 80 minutes respectivement. Sur ces figures les abscisses négatives concernent la partie du joint où le métal d'apport (MA) est encore présent. Les zones d'interdiffusion (ZI), de lamelles (ZL) et le Ti-6Al-4V équiaxe (Eq) sont également représentés sur ces graphes par des délimitations verticales.

De plus, deux groupes d'éléments sont discernables sur ces courbes. Le premier comprend les éléments du métal de base, soit le titane, le vanadium et l'aluminium, dont les compositions chimiques augmentent avec la distance par rapport au joint. Le second groupe est constitué des éléments d'apport comme le zirconium, le nickel et le cuivre dont la composition diminue avec la distance. Pour les faibles distances, la composition est très proche de celle du feuillard, avec des traces infimes de vanadium et d'aluminium. A la fin des relevés, la tendance est totalement inversée et on retrouve à ce moment-là la composition du métal de base, avec le cuivre, le nickel et le zirconium qui ne sont plus détectés.

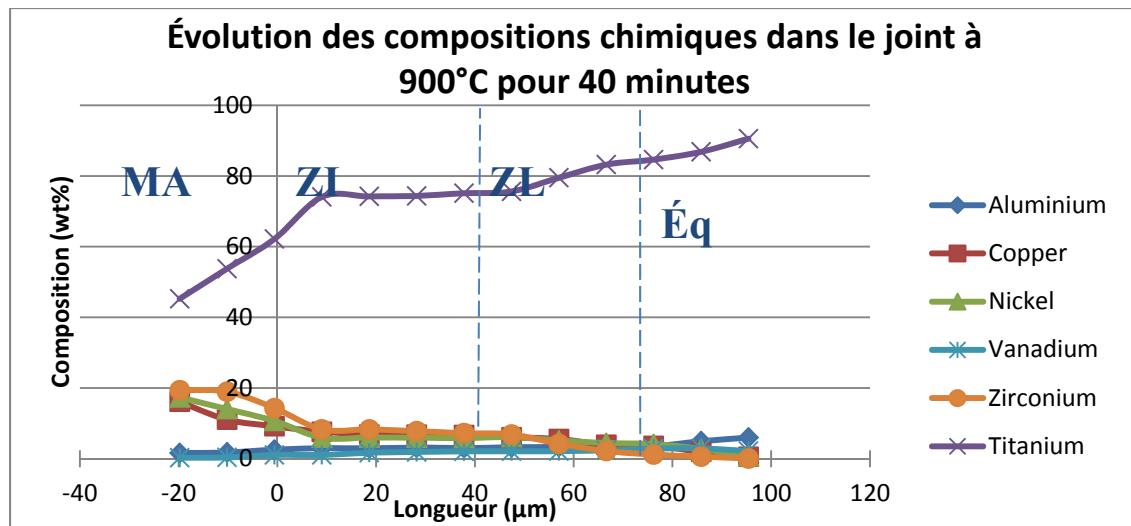


Figure 3.31 Composition des éléments dans un joint brasé à 900°C pendant 40 minutes en fonction de la distance dans le métal de base

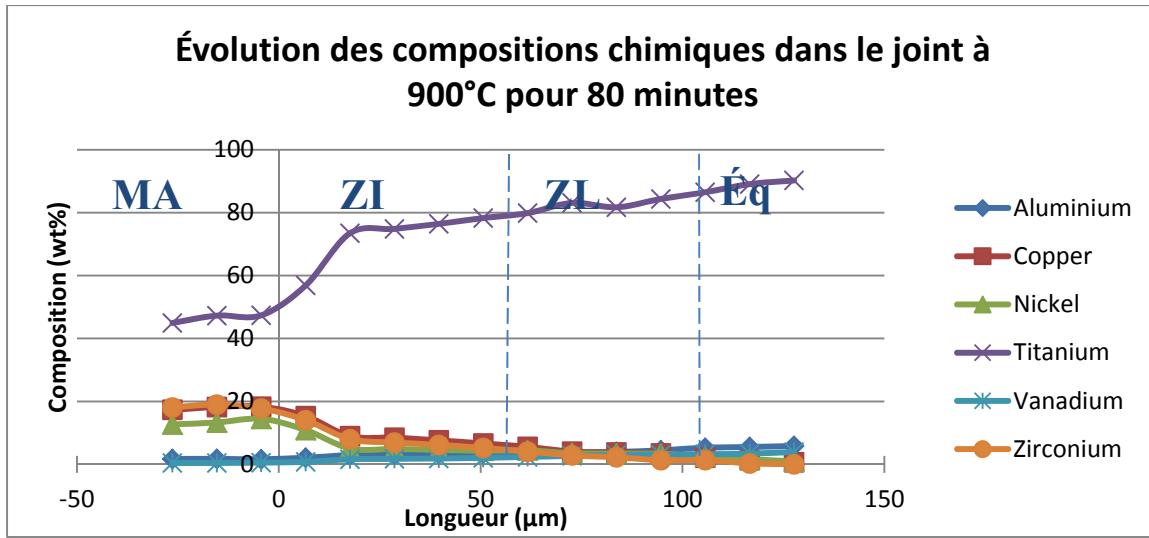
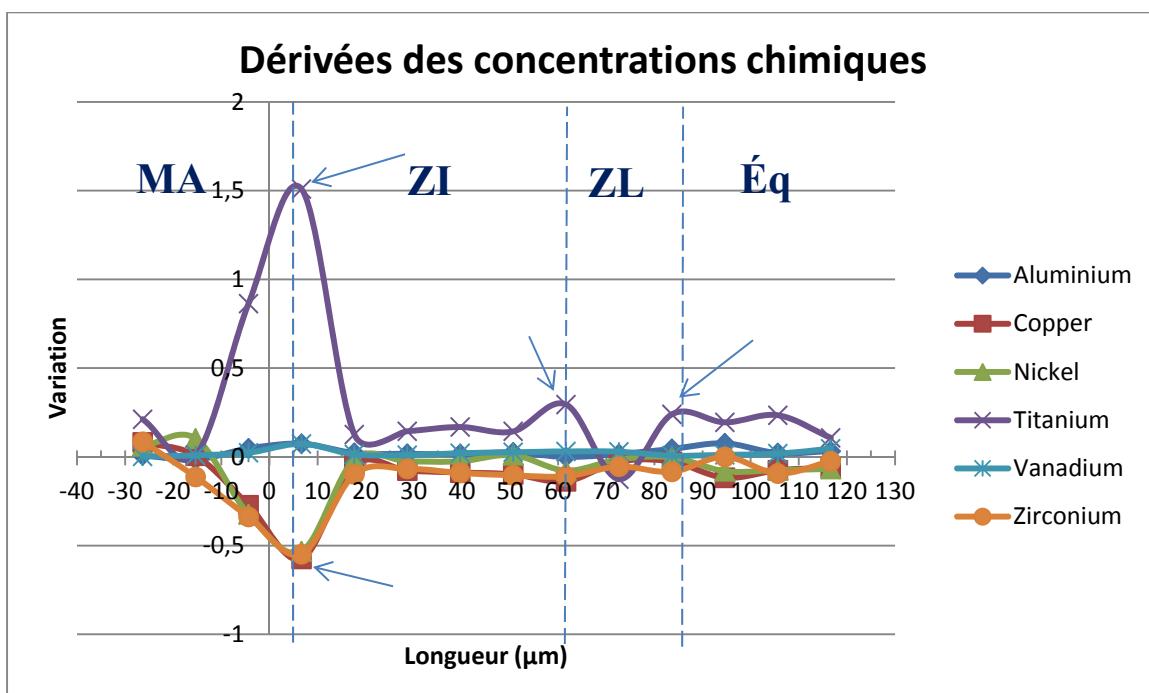
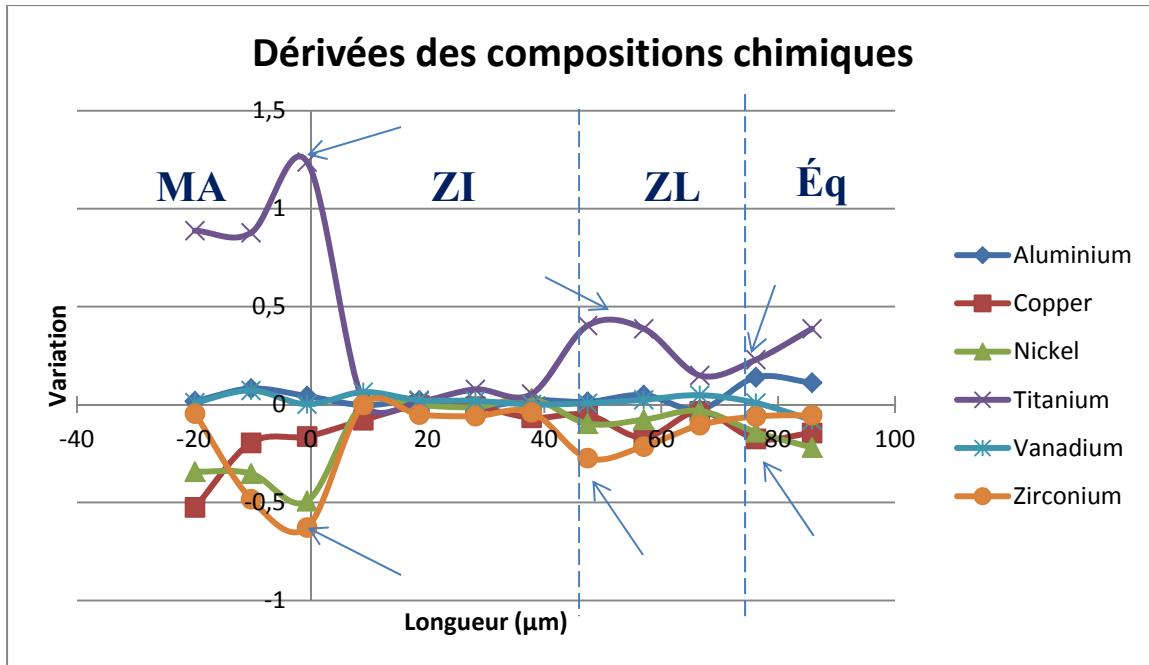


Figure 3.32 Composition des éléments dans un joint brasé à 900°C pendant 80 minutes en fonction de la distance dans le métal de base

Les variations de ces compositions (dérivées des courbes des Figure 3.31 et 3.32) ont été tracées sur les Figure 3.33 et Figure 3.34. Des pics sont observés sur les graphes et sont marqués par des flèches et les lignes verticales en pointillés. Ils correspondent à la fois à une augmentation significative du titane, de l'aluminium et du vanadium, couplée à une forte diminution du zirconium, du nickel et du cuivre. La présence de pics sur ces figures dénote d'importantes variations de la composition chimique du milieu et correspondent à un changement de milieu ; c'est-à-dire aux passages du métal d'apport à la zone d'interdiffusion, puis à la zone de lamelles et enfin au Ti-6Al-4V équiaxe.

Il est intéressant d'observer que les graphes présentent d'importantes variations de composition dans la zone de lamelles (ZL). Ceci s'explique par la localisation de la mesure : si elle est effectuée dans une lamelle et la suivante entre les lamelles alors le milieu change brusquement et de grandes variations de compositions seront observées. Ces variations traduisent de ce fait l'hétérogénéité du milieu concerné où des mesures ponctuelles peuvent correspondre à des zones très particulières.



Le positionnement des pics repérés par les variations de composition chimique et le positionnement des différentes zones par le microscope optique sont comparés dans les Tableau 3.5 et Tableau 3.6. Comme évoqué dans les sections 3.1.1.2 et 3.3.1.2, il est possible de remarquer que les longueurs des différentes zones augmentent selon la durée de brasage, avec une zone d'interdiffusion légèrement plus longue d'environ 10 µm pour 80 minutes par rapport à 40 minutes, mais les longueurs de zones de lamelles étant différentes de 20 µm en faveur de 80 minutes de brasage.

Tableau 3.5 Coordonnées des zones caractéristiques pour 900°C et 40 minutes

Méthode d'obtention	Début de ZI	Début de ZL	Début Équiaxe
Mesure optique	0 µm	42 µm	69 µm
Calcul de variations	0 µm	48 µm	79 µm

Tableau 3.6 Coordonnées des zones caractéristiques pour 900°C et 80 minutes

Méthode d'obtention	Début de ZI	Début de ZL	Début Équiaxe
Mesure optique	0 µm	55 µm	102 µm
Calcul de variations	5 µm	60 µm	87 µm

Afin de déceler plus clairement ces différences entre les durées de brasage utilisées, les Figures 3.35 à 3.40 représentent l'évolution de la composition de chaque élément en fonction de la position dans le joint, à partir de la structure équiaxe (Éq) pour le titane, le vanadium et l'aluminium, et à partir de la zone d'interdiffusion (ZI) pour le zirconium, le cuivre et le nickel.

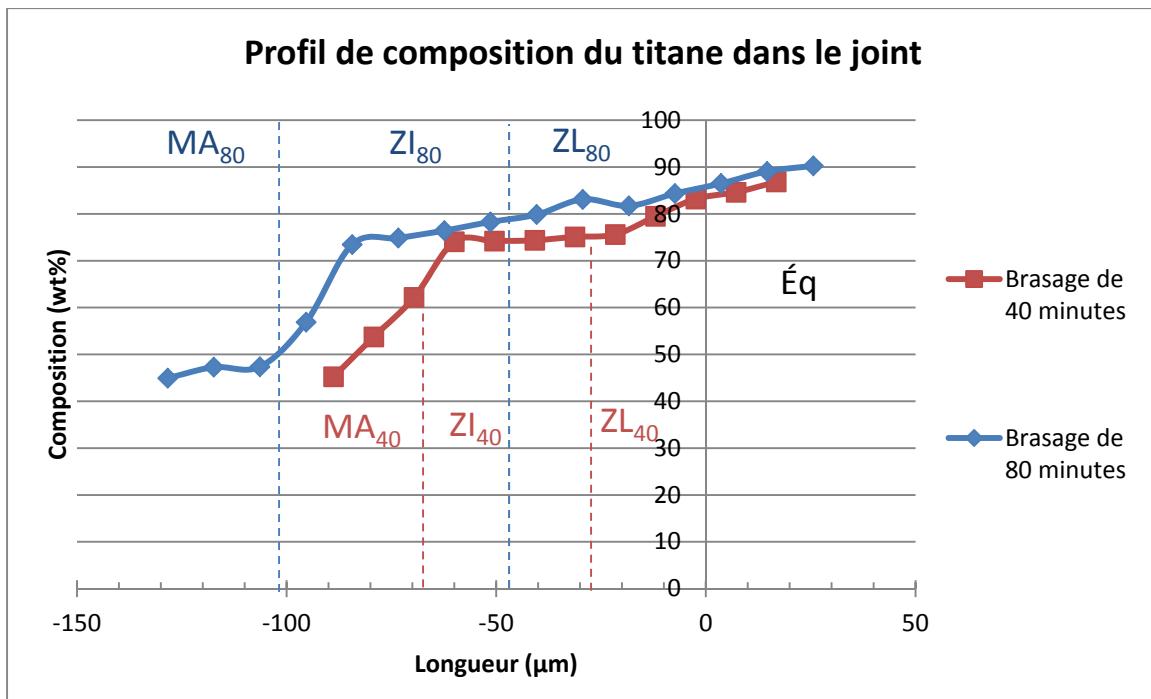


Figure 3.35 Évolution de la composition du titane dans les joints brasés à 900°C pendant 40 et 80 minutes

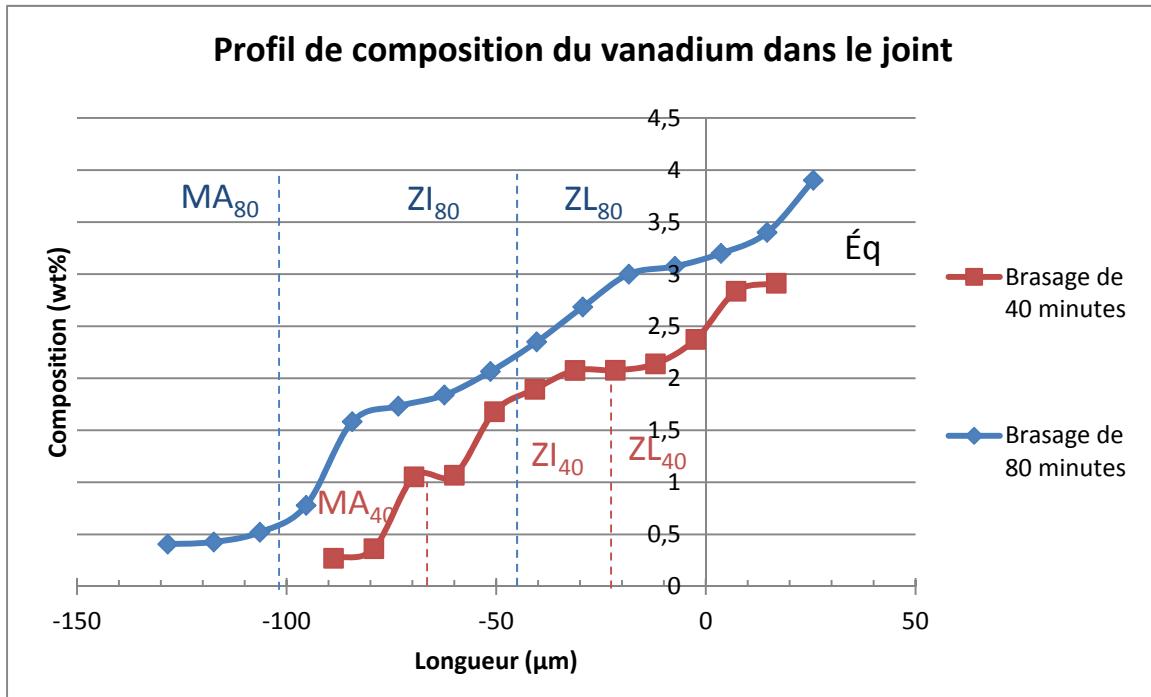


Figure 3.36 Évolution de la composition du vanadium dans les joints brasés à 900°C pendant 40 et 80 minutes

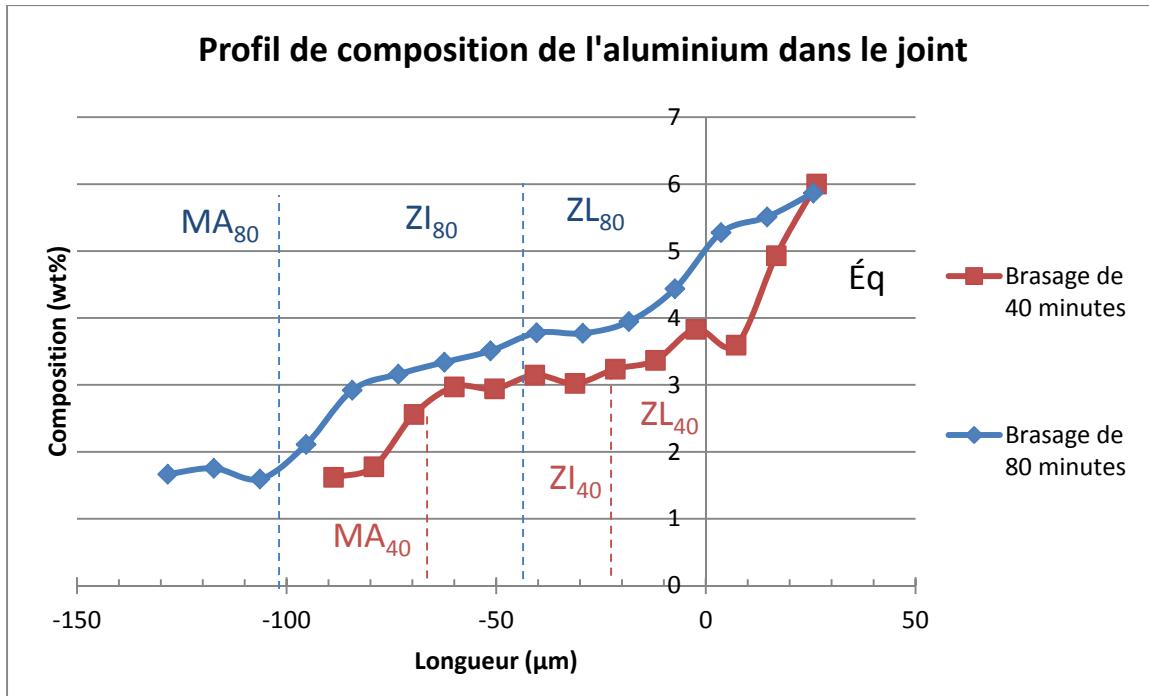


Figure 3.37 Évolution de la composition de l'aluminium dans les joints brasés à 900°C pendant 40 et 80 minutes

Ces courbes sont remarquables car l'évolution de la composition chimique de chaque élément dans le joint est exactement similaire quelle que soit la durée de brasage. Quel que soit l'élément concerné, la composition à 80 minutes est toujours supérieure à celle mesurée à 40 minutes. Il est important de rappeler que le vanadium et l'aluminium proviennent du métal de base et il est donc attendu que ces niveaux soient supérieurs pour 80 minutes, ce qui conforte les relevés effectués.

Les Figures 3.38, 3.39 et 3.40 représentent quant à elles les évolutions de la composition des éléments du métal d'apport : le zirconium, le cuivre et le nickel.

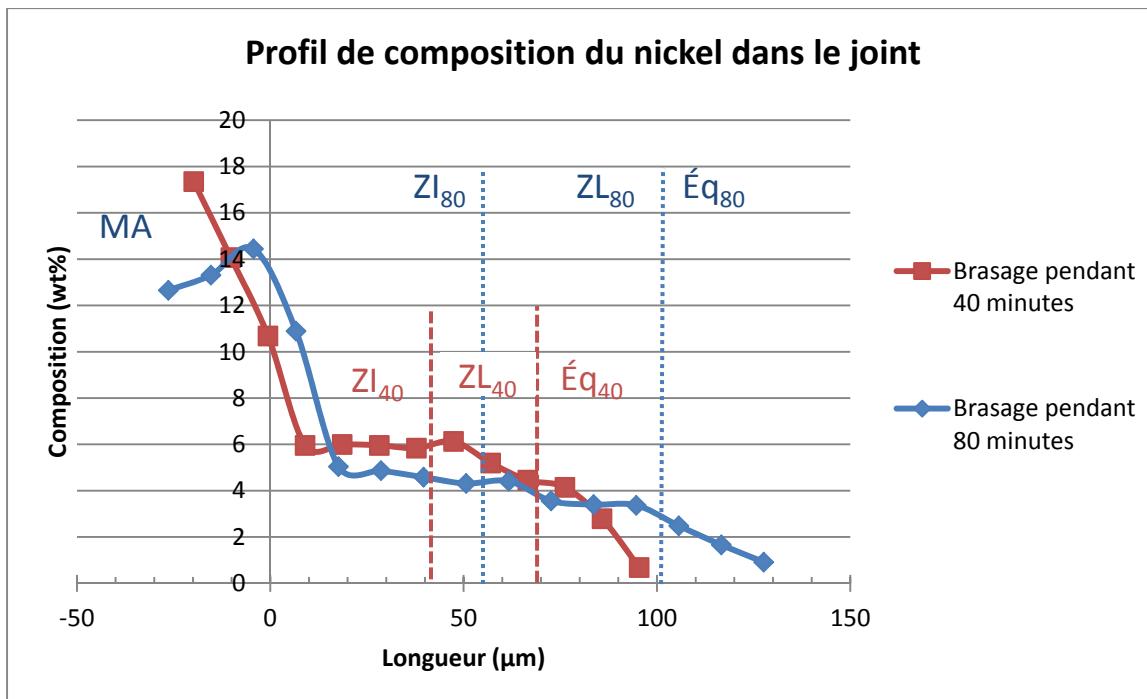


Figure 3.38 Évolution de la composition du nickel dans les joints brasés à 900°C pendant 40 et 80 minutes

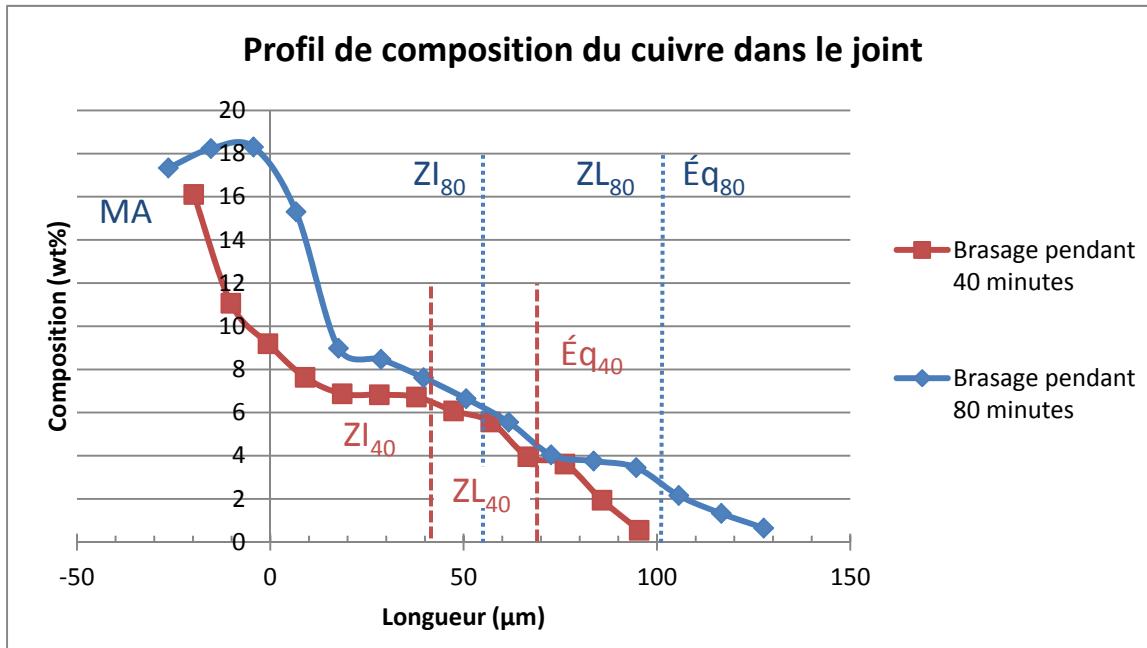


Figure 3.39 Évolution de la composition du cuivre dans les joints brasés à 900°C pendant 40 et 80 minutes

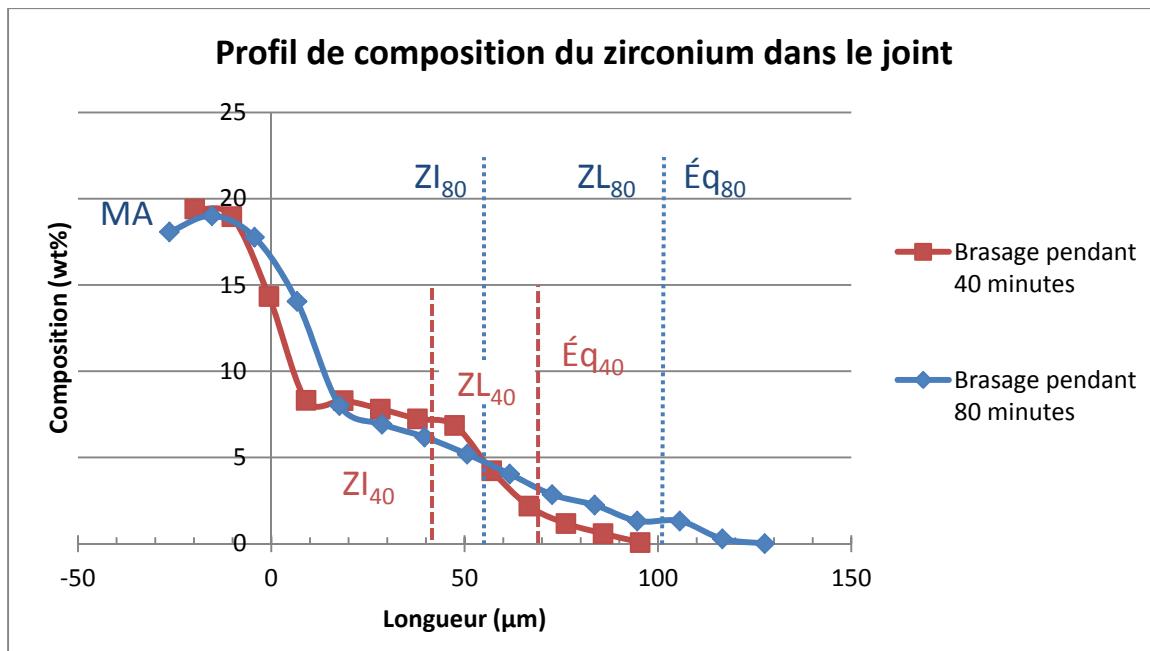


Figure 3.40 Évolution de la composition du zirconium dans les joints brasés à 900°C pendant 40 et 80 minutes

Pour chaque élément la différence entre les deux durées de brasage tient dans la longueur des différentes zones. Ainsi les zones d'interdiffusion, de lamelles et équiaxe apparaissent plus tôt dans le cas de 40 minutes de brasage ce qui correspond à la disparition plus rapide des éléments d'apport dans le joint. En moyenne, ils ne sont plus détectés à partir de 95 μm pour 40 minutes et à partir de 125 μm lorsque cette durée est doublée.

Il est possible de remarquer que les pentes restent sensiblement les mêmes dans les parties de ZI et de ZL mais changent brusquement lorsqu'on atteint la structure équiaxe. Ces observations signifient que les cinétiques de diffusion diffèrent selon le milieu, avec une cinétique plus lente dans la phase α .

D'un point de vue général, les pentes sont moins grandes pour 80 minutes avec une décroissance de la composition qui est moins importante, contrairement aux pentes de 40 minutes qui sont davantage marquées.

Dans l'optique de déterminer le coefficient de diffusion de chaque élément d'apport dans le Ti-6Al-4V, leurs concentrations en fonction de la distance depuis la zone d'interdiffusion ont

étaient simulées numériquement en résolvant la deuxième loi de Fick (équation ((1.5))). Cette équation admet la solution présentée dans la section 1.2.3 pour un joint d'épaisseur $2h$ et de composition C_0 .

Pour parvenir à cette simulation, seulement la partie concernant la diffusion du métal d'apport dans la phase β du Ti-6Al-4V a été utilisée et correspond ici aux zones d'interdiffusion et de lamelles (notées ZI et ZL sur les graphes qui suivent).

La figure suivante représente ainsi la composition du cuivre pour 40 minutes avec sa fonction modélisée.

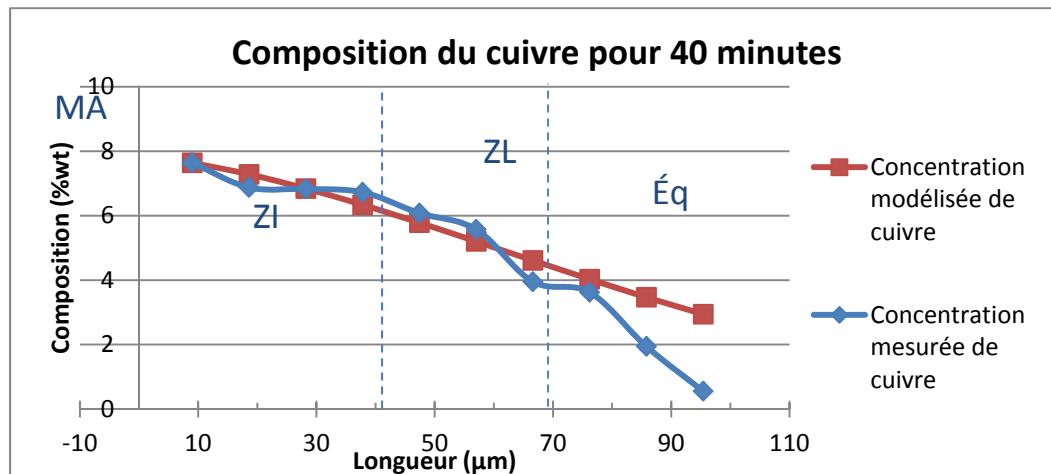


Figure 3.41 Comparaison de la composition du cuivre et de son modèle pour 40 minutes

La solution de cette équation donne la composition du cuivre selon la distance x depuis le centre du joint et est donnée par :

$$C(x, 40) = 8 * [\operatorname{erf}(0,00928 * (x + 58)) + \operatorname{erf}(0,00928 * (x - 58))]$$

Avec x en μm et la durée de 40 minutes à convertir en secondes. La largeur du joint est ici de 29 μm , ce qui signifie que le début de zone d'interdiffusion se situe à $29/2=14,5\mu\text{m}$ du centre du joint. La méthode des moindres carrés a été utilisée pour déterminer cette équation et donne $S=0,979$ comme résidu. S correspond à la somme des carrés des différences entre

concentration mesurée et simulée ; ainsi, plus cette valeur est faible et plus le modèle correspond aux mesures.

Le facteur multiplicatif 0,00928 de la fonction erf correspond à $1/2\sqrt{Dt}$ où D est le coefficient de diffusion du cuivre dans le Ti-6Al-4V. Son calcul permet d'en déduire $D=1,208 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

Pour 80 minutes de brasage la solution diffère légèrement et est représentée sur la Figure 3.42. Dans ce cas et pour toutes les modélisations effectuées pour 80 minutes, le premier point de mesure à $x=6,66 \mu\text{m}$ a été ignoré car il ne semble pas correspondre à un point de la zone d'interdiffusion mais plutôt du métal d'apport.

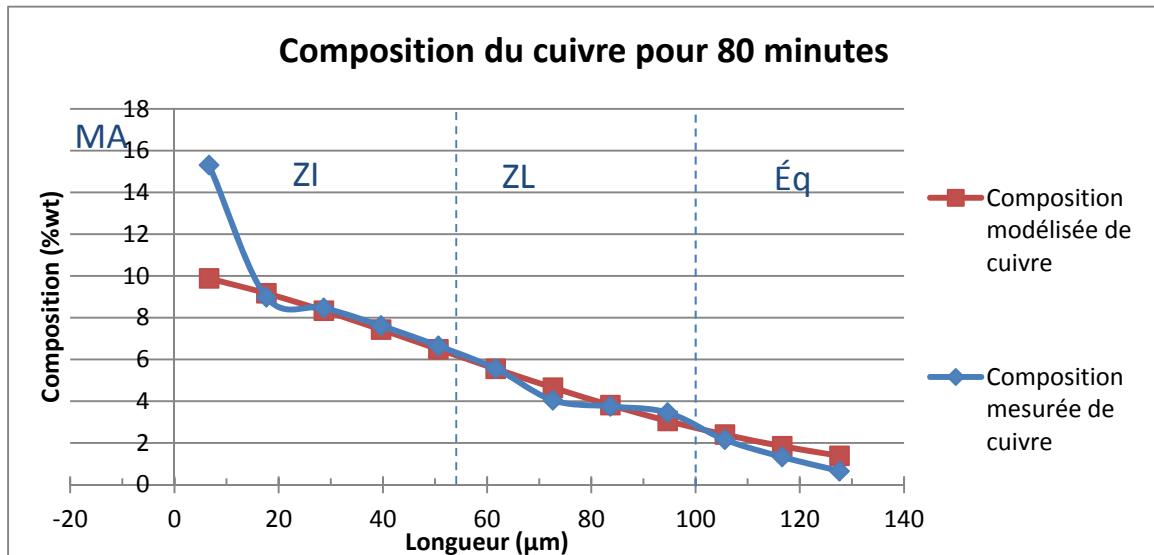


Figure 3.42 Comparaison de la composition du cuivre et de son modèle pour 80 minutes

Dans ce cas la composition du cuivre à partir du centre du joint est donnée par la fonction suivante :

$$C(x, 80) = 8,5 * [\text{erf}(0,0104 * (x + 92)) + \text{erf}(0,0104 * (x - 92))]$$

Avec x en μm et la durée de 80 minutes à convertir en secondes. Dans ce cas, le début de la zone d'interdiffusion se situe à $12,5 \mu\text{m}$ du centre du joint qui est d'une largeur de $25 \mu\text{m}$. Dans ce cas la modélisation est encore plus pertinente que pour 40 minutes avec un facteur de résidu encore plus faible : $S=0,635$.

Le facteur multiplicatif de 0,0104 permet de déduire le coefficient de diffusion D du cuivre dans le Ti-6Al-4V dont le calcul donne $D=4,78 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

Le Tableau 3.7 compare les différents coefficients de diffusion calculés pour 40 et 80 minutes du cuivre dans le titane à 900°C avec sa valeur théorique (Mehrer, 1990). L'ordre de grandeur des coefficients calculés respecte celui de la valeur théorique bien que pour les deux durées ils ne soient pas égaux.

Tableau 3.7 Coefficients de diffusion D du cuivre dans le titane à 900°C

D théorique	D déterminé pour 40 mins	D déterminé pour 80 mins
$7,51 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	$1,208 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	$4,73 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$

Le cas du nickel pour 40 minutes de brasage est donné sur le graphe suivant où la composition modélisée et mesurée du cuivre dans le joint sont représentées :

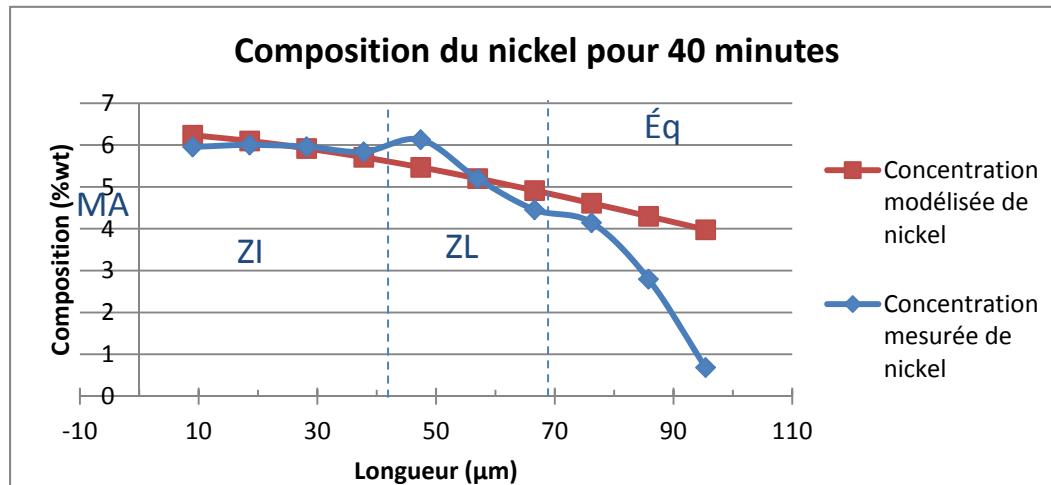


Figure 3.43 Comparaison de la composition du nickel et de son modèle pour 40 minutes

Dans ce cas la composition du nickel à partir du centre du joint est donnée par la fonction suivante :

$$C(x, 40) = 8,5 * [\operatorname{erf}(0,0063 * (x + 65)) + \operatorname{erf}(0,0063 * (x - 65))]$$

Avec x en μm , la zone d'interdiffusion débutant à $14,5\mu\text{m}$ du centre du joint et la durée de 40 minutes à convertir en secondes. Cette modélisation est relativement satisfaisante avec $S=0,753$.

De plus le calcul du coefficient de diffusion du nickel dans le titane donne une valeur $D=2,66 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

Pour 80 minutes de brasage, la composition du nickel dans le joint est représentée sur la Figure 3.44 où la composition modélisée et mesurée du cuivre dans le joint sont représentées.

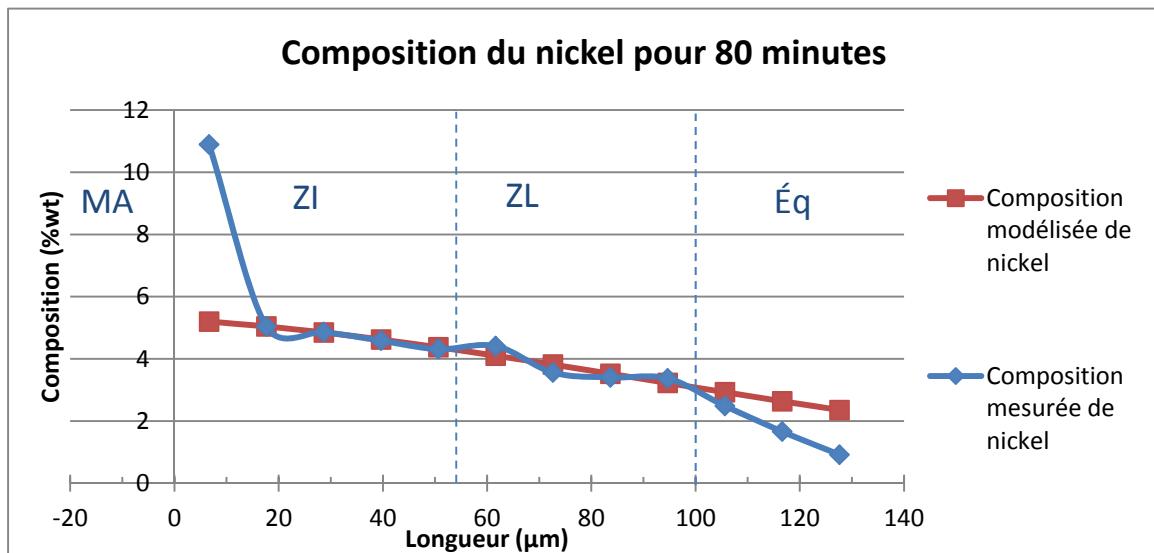


Figure 3.44 Comparaison de la composition du nickel et de son modèle pour 80 minutes

Dans ce cas la composition du nickel à partir du centre du joint est donnée par :

$$C(x, 80) = 8,5 * [\text{erf}(0,006 * (x + 79)) + \text{erf}(0,006 * (x - 79))]$$

Avec x en μm , la zone d'interdiffusion se trouvant à $12,5\mu\text{m}$ du centre du joint et la durée de 80 minutes à convertir en secondes. Cette modélisation possède $S=0,20$ inférieur à celui déterminé pour 40 minutes.

Le calcul coefficient de diffusion du nickel dans le titane donne $D=1,45 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

Le Tableau 3.7 compare les différents coefficients de diffusion calculés pour 40 et 80 minutes du nickel dans le titane à 900°C avec sa valeur théorique (Mehrer, 1990). L'ordre de grandeur des coefficients calculés respecte parfaitement celui de la valeur théorique bien que pour les deux durées ils ne soient pas égaux.

Tableau 3.8 Coefficients de diffusion D du nickel dans le titane à 900°C

D théorique	D déterminé pour 40 mins	D déterminé pour 80 mins
$2,79 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	$2,66 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	$1,45 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$

L'évolution de la composition du zirconium et sa modélisation sont données ci-dessous pour 40 minutes de brasage :

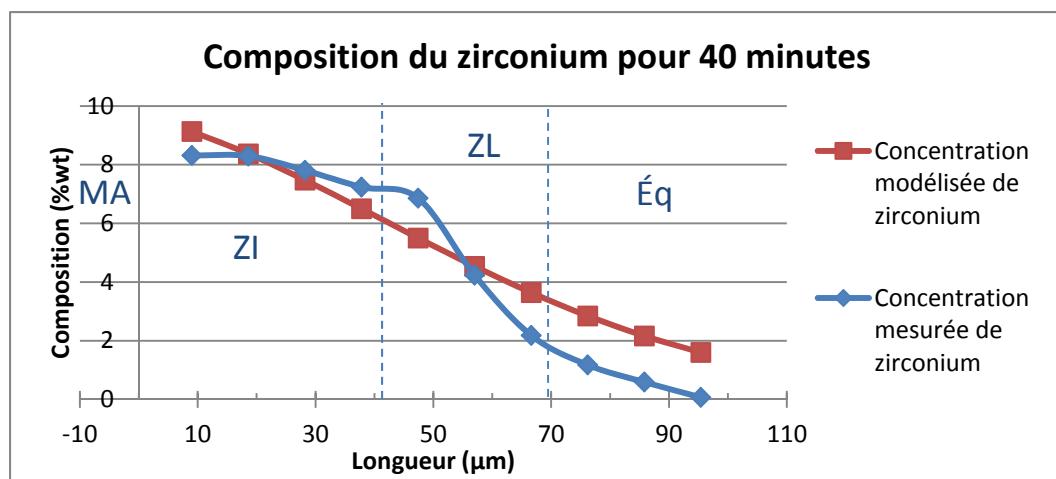


Figure 3.45 Comparaison de la composition du zirconium et de son modèle pour 40 minutes

Dans ce cas la composition depuis le centre du joint est donnée par :

$$C(x, 40) = 9 * [\text{erf}(0,0129 * (x + 56)) + \text{erf}(0,0129 * (x - 56))]$$

Avec x en µm, le début de la zone d'interdiffusion se situant à 14,5 µm du centre du joint et la durée de 40 minutes à convertir en secondes. Cette solution est bien moins pertinente que les précédentes car la somme des carrés des différences vaut ici 5,40.

Le calcul du coefficient de diffusion du zirconium dans le titane pour 40 minutes de brasage donne $D=6,25 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

Pour les 80 minutes de brasage la composition du zirconium modélisée et mesurée sont données sur la Figure 3.46.

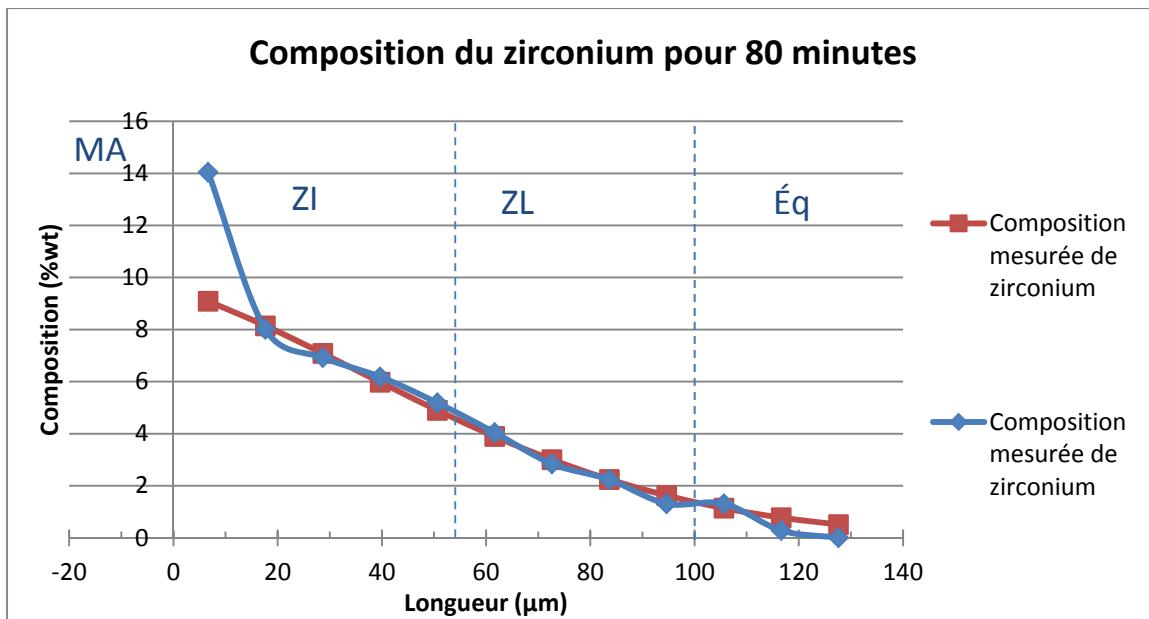


Figure 3.46 Comparaison de la composition du zirconium et de son modèle pour 80 minutes

Dans ce cas la composition du zirconium depuis le centre du joint est donnée par :

$$C(x, 80) = 9 * [\text{erf}(0,00123 * (x + 78)) + \text{erf}(0,00123 * (x - 78))]$$

Avec x en μm , la zone d'interdiffusion se situant à $12,5\mu\text{m}$ du centre du joint et la durée de 80 minutes à convertir en secondes. Cette modélisation donne une somme des carrés des différences égale à 0,31 très satisfaisant.

Le calcul du coefficient de diffusion du zirconium dans le titane pour 80 minutes de brasage donne $D=3,45 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

Le Tableau 3.7 compare les différents coefficients de diffusion calculés pour 40 et 80 minutes du zirconium dans le titane à 900°C avec sa valeur théorique (Mehrer, 1990). L'ordre de grandeur des coefficients calculés respecte une nouvelle fois celui de la valeur théorique bien que pour les deux durées ils ne soient pas égaux.

Tableau 3.9 Coefficients de diffusion D du zirconium dans le titane à 900°C

D théorique	D déterminé pour 40 mins	D déterminé pour 80 mins
$1,18 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	$6,25 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	$3,45 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$

Ces différentes modélisations ont finalement permis de calculer les différents coefficients de diffusion des éléments d'apport vers le titane avec une précision très acceptable. L'utilisation d'un tel modèle renseigne avec précision sur les cinétiques de diffusion du zirconium, du nickel et du cuivre qui s'avèrent être proches les unes des autres, avec des valeurs de D proches, ce qui a été vérifié par le calcul.

La très bonne correspondance entre les compositions mesurées et calculées permet également de conclure que les interactions des différentes espèces les unes sur les autres sont négligeables voire n'existent pas. En effet, lorsque ces influences existent il est nécessaire d'ajouter de nouvelles fonctions erf dans les formules de composition chimique afin de les faire correspondre aux relevés pratiques et de prendre en compte les influences des éléments. Ce travail d'étude des compositions chimiques dans les joints à recouvrement est à la fois précieux et rassurant. Il permet de donner quantitativement l'évolution de la composition des joints en fonction de la distance par rapport au centre et d'ainsi illustrer les variations des différents éléments. Lors des mesures de composition ponctuellement effectuées dans les joints en T, aucune information n'existe par rapport aux tendances de l'évolution des concentrations. Désormais, les liens entre les différentes zones caractéristiques sont connus et certaines évolutions peuvent même être directement modélisées à travers la solution de la deuxième loi de Fick sur la diffusion.

En revanche, le niveau de précision et de validité de ces approximations doit être remis en question car certains points ont dû être supprimés des courbes car ils ne semblaient pas correspondre au milieu considéré. Ceci concerne donc la méthodologie mise en place pour l'obtention de ces mesures et qui reste approximative avec l'utilisation du MEB comme outil et une seule ligne de relevés effectués pour chacune des durées.

CHAPITRE 4

DISCUSSION

Au travers des nombreux essais menés tout au long de cette maîtrise, le brasage du Ti-6Al-4V par le Ti-20Zr-20Ni-20Cu s'est avéré être d'une grande complexité. Les difficultés se retrouvent durant toutes les phases, depuis la préparation des pièces, dans le procédé en lui-même et finalement lors de l'analyse des joints.

Le but de ce chapitre de discussion est de recenser l'ensemble des éléments qui ont une influence avérée sur la qualité des joints brasés au travers de toutes les étapes du procédé. Ainsi, les deux prochaines sections structurent ces facteurs selon une première catégorie concernant les conditions de brasage, et la seconde concernant la durée et la température de brasage.

La littérature reste la base du travail sur le brasage car elle fournit de très nombreuses informations sur la préparation précédant le procédé. Les précautions à observer restent globalement très générales à tous les alliages de brasage, avec à chaque fois une attention particulière sur la préparation de surface pour augmenter la mouillabilité et pour favoriser l'écoulement du métal d'apport sous forme liquide.

Dans le cas du Ti-6Al-4V, cette préparation s'est avérée relativement longue et fastidieuse avec le polissage mécanique de chacune des plaques. Le Ti-6Al-4V nécessite également une certaine minutie dans sa manipulation pour éviter d'apposer certaines particules à sa surface qui risqueraient de contaminer les joints, dû à sa très grande réactivité à haute température.

Cette forte réactivité du titane rend le procédé de brasage en lui-même très contraignant. En effet, l'atmosphère doit être entièrement maîtrisée avec une attention particulière au niveau de vide utilisé dans le four qui doit avoisiner les 10^{-5} mbar. Ce niveau de vide poussé constitue une contrainte importante car il implique l'utilisation d'une pompe spécifique à grande capacité. De même, le four est également un élément dont la qualité doit être importante car il doit pouvoir reproduire identiquement des cycles thermiques à de hautes

températures, tout en permettant l'utilisation d'un gaz pour purger son enceinte qui doit être particulièrement saine. Ainsi l'historique de l'utilisation est important pour éviter de travailler avec des résidus sur les parois internes du four qui peuvent aisément réagir avec le Ti-6Al-4V et contaminer les joints.

La préparation des échantillons pour les analyses aux microscopes optique et électronique est elle aussi importante avec des soins particuliers à apporter pour éviter d'endommager les joints qui, dans notre cas, restent des pièces de petites dimensions et qui doivent être travaillées avec des équipements et dans des conditions qui leur sont adaptés.

L'analyse constitue l'étape finale du procédé de brasage avec des observations microscopiques pour définir la présence des différentes zones caractéristiques et l'évolution de leurs épaisseurs selon les différentes températures et durées appliquées. Certaines zones disparaissent tandis que d'autres se développent et les mesures de composition chimique permettent d'identifier plus finement ces zones et d'y quantifier la présence des différents éléments provenant du métal d'apport et du métal de base. Les essais de microdureté sont quant à eux une étape complémentaire mettant en lumière l'importance de l'absence de métal d'apport dans le joint pour éviter toute phase le fragilisant et aussi l'importance de l'homogénéisation pour éviter des gradients de dureté importants entre les plaques de Ti-6Al-4V de base et le centre du joint.

4.1 Conditions de brasage

Dans cette partie deux aspects fondamentaux du brasage seront discutés et concernent deux parties distinctes : la phase de préparation des plaques et l'atmosphère de brasage dans le four.

Les précautions à observer restent globalement très générales à tous les alliages de brasage, avec à chaque fois une attention particulière sur la préparation de surface pour augmenter la mouillabilité et pour favoriser l'écoulement du métal d'apport sous forme liquide. Dans le

cas du Ti-6Al-4V, cette préparation s'est avérée relativement longue et fastidieuse avec le polissage mécanique manuel de chacune des plaques. Au-delà de favoriser le mouillage et la capillarité, la très grande réactivité du titane rend cette action indispensable pour éliminer tous les oxydes qui se sont formés à sa surface. De plus, si des corps étrangers sont introduits dans le four alors ceux-ci représentent des agents contaminants à haute température et peuvent interagir pendant le procédé et finalement polluer les joints. Cette forte réactivité induit également une certaine minutie dans sa manipulation et un nettoyage à l'alcool juste avant l'insertion dans le four est nécessaire pour couvrir tous les risques.

La réactivité des alliages de titane rend le procédé de brasage en lui-même très contraignant. En effet, l'atmosphère doit être entièrement maîtrisée avec une attention particulière au niveau de vide utilisé dans le four qui doit avoisiner 10^{-5} mbar. Ce niveau de vide poussé constitue une contrainte importante car il implique l'utilisation d'une pompe spécifique à grande capacité. De plus, le four est également un élément dont la qualité doit être importante car dans notre cas il doit pouvoir répéter identiquement des cycles thermiques à hautes températures. Le four doit dans le même temps permettre l'utilisation d'un gaz pour purger son enceinte qui doit être particulièrement saine. Ainsi l'historique d'utilisation est important pour éviter de travailler avec des résidus sur les parois internes du four qui peuvent aisément réagir avec le Ti-6Al-4V et contaminer les joints lors de l'opération. Le four utilisé doit donc être équipé d'une pompe à vide poussé, permettre la purge avec un gaz inerte tel que l'argon, être fiable, pouvoir répéter les cycles et braser presque exclusivement des alliages de titane. Lorsque ces précautions ne sont pas respectées plusieurs conséquences ont été relevées au cours des essais avec en particulier l'oxydation des joints. Cette oxydation est extrêmement préjudiciable en termes de résistance mécanique comme en témoigne par exemple la présence de fissures dans le joint représenté sur la Figure 4.1.

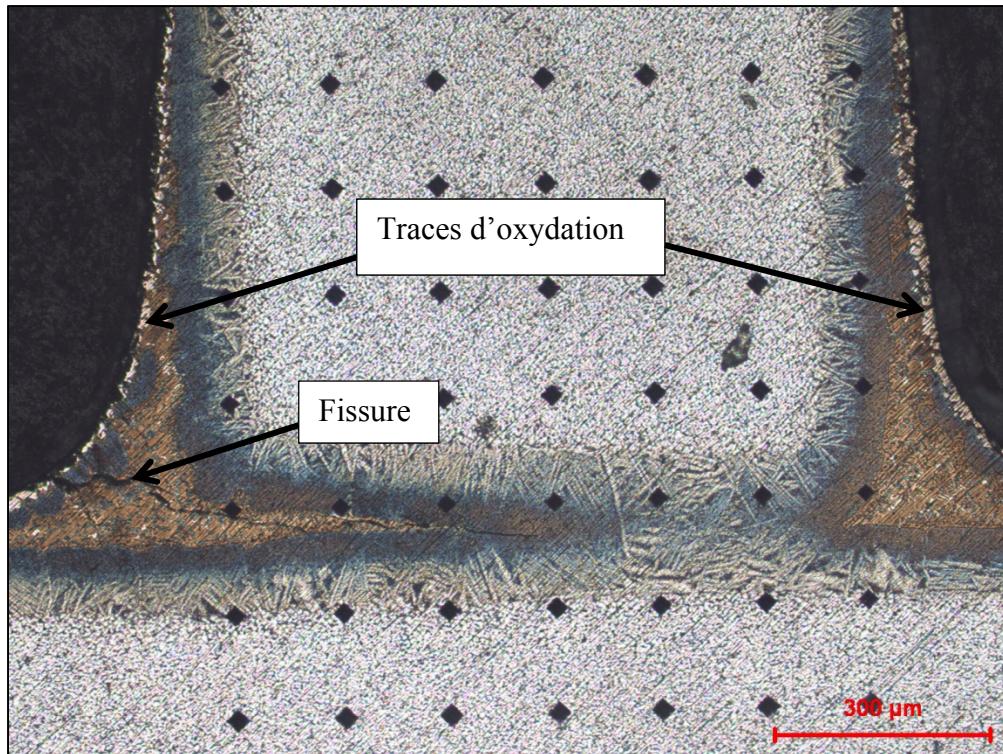


Figure 4.1 Traces d'oxydation et présence de fissure sur un joint

Ces fissures ne sont apparues qu'après le découpage des joints pour l'analyse microscopique, où les conditions doivent donc être adaptées aux pièces d'épaisseurs fines, mais traduisent malgré tout une bien trop grande fragilité des joints. De plus, certains joints ont cassé à la sortie du four rien qu'en les manipulant. En revanche lorsque les précautions mentionnées sont suivies, le brasage du Ti-6Al-4V n'est pas problématique et les joints produits ne présentent pas de défauts visibles au niveau de l'observation microscopique.

4.2 Durée et température de brasage

La combinaison durée et température de brasage pour le Ti-6Al-4V avec le Ti-20Zr-20Ni-20Cu comme métal d'apport n'est que très peu renseignée dans la littérature et a représenté un grand défi dans cette recherche. Néanmoins, les types de microstructures qu'il est possible de retrouver dans les joints de Ti-6Al-4V sont bien connus et les recherches antérieures ont montré l'avantage présenté par les structures en lamelles en termes de résistance mécanique

et de performances en fatigue. En fixant 3 températures de brasage différentes l'objectif a été de quantifier l'influence de ce paramètre dans la forme de la microstructure finale. Ainsi en faisant varier la durée à ces températures trois observations ont pu être faites.

La première correspond à des temps de brasage insuffisants qui font encore apparaître le métal d'apport entre les plaques de Ti-6Al-4V en fin de cycle. Lorsque la durée augmente davantage et atteint 20 minutes, le métal d'apport n'est plus observé dans le joint, laissant apparaître la zone d'interdiffusion et une couche de lamelles sur une faible épaisseur. Finalement, pour des durées de 80 minutes, seules les lamelles sont présentes et développées dans l'intégralité du joint comme le montre la Figure 4.2.

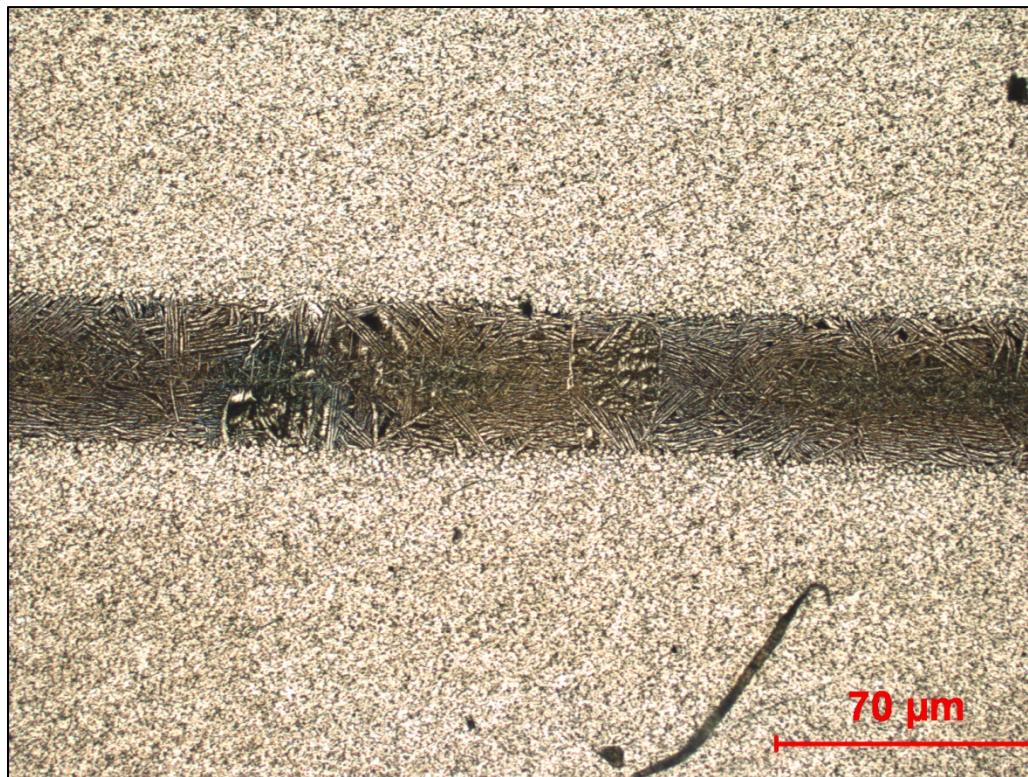


Figure 4.2 Lamelles présentes dans un joint brasé à 900°C pendant 80 minutes

La différence majeure entre les 3 températures vient dans le développement de ces lamelles qui est favorisé pour 900°C où l'épaisseur de la zone est supérieure de 10% à celle mesurée à 870°C dans le même four. Le cas du brasage à 875°C est quelque peu particulier car il concerne un four différent et un cycle différent. Les différences dans les microstructures sont

tout de même intéressantes car ces joints brasés ont présenté des zones de lamelles et d'interdiffusion moins épaisses que pour les autres cas, marquant de ce fait l'importance de la recette de brasage avec les différents paliers d'homogénéisation et les valeurs de refroidissement du four.

De plus à 875°C, de nombreux essais ont été conduits en utilisant de la pâte à braser comme métal d'apport, et non du feuillard, et ont révélé des traces importantes de contamination. Bien qu'aucune conséquence directe ne puisse être établie, le fait que la pâte soit plus poreuse que le feuillard, il est imaginable que des agents contaminants aient pu s'insérer dans la pâte et finalement interagir lors de l'augmentation de la température. La pâte est généralement stockée dans une seringue et donc une attention particulière devrait être apportée afin de la conserver dans des conditions saines en empêchant toute interaction avec l'environnement. En revanche l'utilisation d'argon pour purger le four avant le brasage est fondamentale et sans cette étape la contamination est présente.

L'érosion du métal de base est un autre inconvénient à surveiller et qui s'est particulièrement illustré avec l'utilisation de la pâte comparativement au feuillard. En effet des pertes de près de 10% de l'épaisseur des plaques de Ti-6Al-4V ont été mesurées dans le cas de la pâte, tandis qu'une infime couche de métal de base disparaît avec le feuillard. Bien que cette érosion représente 1/10^{ème} de l'épaisseur du Ti-6Al-4V de base, il est important de rappeler que le travail se concentrerait ici sur des structures fines d'un millimètre d'épaisseur et que pour des pièces plus épaisses la perte ne seraient certainement pas aussi préjudiciables.

Les joints en T ont été difficiles à braser car ils présentaient tous un défaut de perpendicularité qui, d'une part ne correspondaient pas à la géométrie souhaitée et qui d'autre part rendaient l'exploitation des mesures des différentes zones compliquée. En effet les microstructures se développaient suivant un angle d'inclinaison qui signifiait que le jeu de brasage différait selon l'emplacement. Ainsi les observations se limitaient à des portions de joints et ont justifié le brasage de joints à recouvrement qui eux permettent de contrôler l'espace entre les deux plaques avant le brasage en utilisant un feuillard de 50 µm d'épaisseur

comme métal d'apport. En brasant à 900°C et pendant 80 minutes, les joints à recouvrement présentent une microstructure sous forme de lamelles dans leur intégralité et confirment les observations menées sur les joints en T. Le brasage avec de la pâte devrait être réalisé sous les mêmes conditions en veillant à bien respecter le jeu de 50 µm entre les plaques du joint à recouvrement. De plus, aucune trace d'oxydation ou de contamination n'a été détectée ce qui valide à la fois le procédé de préparation des échantillons et du four avant le brasage, ainsi que le cycle thermique utilisé.

CONCLUSION

Les essais menés tout au long de cette maîtrise avaient pour objectifs de caractériser les microstructures lors du brasage du Ti-6Al-4V avec le Ti-20Zr-20Ni-20Cu comme métal d'apport et de proposer un processus adapté dans l'optique d'une industrialisation future du procédé.

Les premiers enseignements qui découlent de ces essais concernent la préparation des pièces en amont du procédé et montrent qu'un polissage mécanique des surfaces à braser jusqu'au papier de carbure de silicium 1200 s'avère efficace pour éliminer les oxydes s'étant formés et contribue au bon mouillage et étalement du métal d'apport.

A la suite de ce polissage, un nettoyage à l'acétone est nécessaire pour garantir la propreté des pièces avant l'introduction dans le four.

Le four de brasage doit être parfaitement propre et ne pas contenir de particules sur ses parois intérieures risquant de contaminer les joints. Dans le cas idéal il ne sert qu'à des applications concernant les alliages de titane.

De plus, une purge du four avec un gaz inerte tel que l'argon à très haut niveau de pureté (UHP 99.999%) est recommandée avant l'opération de brasage pour limiter toute interaction du titane avec d'autres éléments de l'atmosphère.

Le niveau de vide du four doit être poussé et avoisiner 10^{-5} mbar en pression.

Le four doit être parfaitement calibré et capable de reproduire exactement le cycle thermique commandé. Ainsi des paliers d'homogénéisation de la température peuvent être utilisés. Le refroidissement naturel dans le four est une méthode efficace et le taux de refroidissement devrait être de l'ordre de $-13^{\circ}\text{C}/\text{minutes}$.

Le brasage à 900°C pendant 80 minutes est la combinaison la mieux adaptée aux matériaux considérés.

Les joints obtenus sous ces conditions ont présenté des microstructures sous forme de lamelles. Lorsque la durée de brasage est située entre 0 et 10 minutes le métal d'apport est encore présent entre les plaques de Ti-6Al-4V. Le métal d'apport n'est plus visible dans le joint à partir de 20 minutes mais fait apparaître une zone d'interdiffusion et une couche de lamelles, qui occupent finalement l'intégralité du joint après 80 minutes.

Les analyses chimiques ont montré que l'augmentation du temps de brasage contribue à l'homogénéisation des éléments dans le joint.

Cette homogénéité s'est également illustrée à travers les mesures de microdureté qui présentent de faibles variations s'échelonnant entre 320 et 430 HV lorsque le brasage se prolonge à 80 minutes. En revanche les gradients de dureté sont bien plus importants avec des durées de brasage inférieures et s'échelonnent entre 320 et 610 HV quand la microstructure fait apparaître du métal d'apport et la zone d'interdiffusion dans le joint. Ces valeurs sont trop importantes et synonymes de la présence de phases fragilisantes dans le joint. Certains joints brasés dans des conditions non adaptées ont présenté des fissures.

Le brasage de joints en T a été problématique ce qui s'est illustré par la difficulté de respecter la perpendicularité des plaques de base. En revanche les résultats relevés ont servi de base et ont permis d'affiner la recherche sur des temps de brasage de 80 minutes.

Le brasage de joints à recouvrement pendant cette durée et à 900°C valide le processus de brasage décrit ici et montre l'importance de maîtriser le jeu de brasage de 50 µm pour observer les lamelles en microstructure.

L'usage du feuillard a été plus pratique car le jeu est directement imposé par l'épaisseur du feuillard. Sous forme de pâte, le jeu entre les plaques n'est pas maîtrisé et un excès est

constamment observé. Néanmoins une solution sera proposée dans ce mémoire, dans la section de recommandations qui suit pour palier à ce problème.

Du point de vue de la modélisation de la concentration dans les joints, le modèle utilisé repose sur l'hypothèse que l'interface entre le métal d'apport et le métal de base ne se déplace pas au cours du temps. Ceci n'est pas notre cas car l'épaisseur du métal d'apport diminue au cours du temps entraînant le déplacement de cette interface. Néanmoins, les résultats de concentration dans les joints se rapprochent très bien des mesures effectuées et demeurent de bonnes approximations des cas réels. Ils ont ainsi permis d'obtenir des coefficients de diffusion des éléments d'apport avec une précision très acceptable et d'arriver à la conclusion que les interactions entre la diffusion des espèces les unes sur les autres est négligeable.

RECOMMANDATIONS

Cette section de recommandations a pour but de révéler certaines perspectives concernant la suite qu'on peut donner à ce travail de recherche. En effet, la conclusion majeure du présent mémoire est la recette de brasage du Ti-6Al-4V par le Ti-20Zr-20Ni-20Cu, validée par les observations microscopiques, les analyses chimiques et les essais de microdureté, qui peut dorénavant servir de base à un travail axé sur des essais mécaniques.

Comme évoqué en conclusion, le procédé de brasage proposé s'appuie majoritairement sur des expériences menées avec un feuillard comme métal d'apport et non de la pâte. Pour utiliser de la pâte il serait nécessaire de contrôler et d'appliquer un jeu de 50 µm entre les plaques de titane puis de déposer la pâte dans cet espace.

Le brasage avec de la pâte est pertinent dans le sens où elle est plus facile à appliquer pour des géométries de joints complexes pour lesquelles la découpe du feuillard selon la forme désirée serait fastidieuse.

Les résultats des essais avec les joints à recouvrements se sont montrés intéressants tant dans les observations microscopiques que dans la facilité à les braser. Leur géométrie reste simple et peu encombrante ce qui permet d'en braser davantage. Ils demandent également moins de minutie dans le montage de brasage que les joints en T.

De plus, effectuer des essais mécaniques sur des joints en T reste particulièrement complexe car ils nécessitent des dispositifs spécifiques à leur géométrie qui sont peu répandus.

En revanche, il existe des essais mécaniques plus simples à mettre en place qui pourraient être utilisés pour tester des joints à recouvrement. En allant plus loin encore, grâce au calcul numérique sur des logiciels d'analyse par éléments finis, il serait intéressant de révéler des équivalences entre les contraintes dans les joints en T et dans les joints à recouvrement, ce qui permettrait alors d'extrapoler les résultats pratiques mesurés sur les joints à recouvrement et d'obtenir les premières tendances imaginables de résistance des joints en T.

Lorsque les problématiques de brasage des joints en T concernant leur géométrie seront résolues, on pourra alors comparer les valeurs mesurées et les valeurs extrapolées. S'il y a

une concordance dans les résultats alors des essais mécaniques simples sur des joints à recouvrement suffiront à donner les valeurs de résistance de joints en T, ou du moins des ordres de grandeur.

Du point de vue industriel, il serait éventuellement intéressant de fabriquer les mêmes joints à recouvrement avec le procédé de brasage spécifique aux matériaux actuellement en services, et de comparer ces valeurs avec les joints brasés en titane pour tirer des conclusions sur la viabilité de ces alliages sur un premier critère de résistance.

Il peut être imaginable d'ériger un véritable cahier des charges rassemblant quelques critères importants tels que le coût d'une opération de brasage, les cadences de fabrication, le coût et la disponibilité des matières premières, etc.

Cette étape peut être préliminaire à la fabrication de joints en titane de plus grandes dimensions se rapprochant davantage de la forme des pièces réelles pour finalement arriver à la fabrication de ces pièces en alliage de titane.

D'un point de vue recherche fondamentale, l'étude de la diffusion des éléments d'alliage a été entreprise dans ce projet en se focalisant sur les espèces zirconium, cuivre et nickel et leur composition chimique dans les joints brasés à 900°C pendant 40 et 80 minutes. Ces relevés ont été approximés par des fonctions de composition solutions de la deuxième loi de Fick et ont conduit à l'obtention des différents coefficients de diffusion avec une précision très acceptable. Cependant le modèle emprunté ne prend pas en compte le mouvement de l'interface métal d'apport, métal de base ce qui ne rend pas compte de la réalité du brasage. De plus, les modélisations sont établies à partir de mesures de composition effectuées à l'EDS et réalisées une seule fois pour chacune des durées. Il serait nécessaire à la fois de relever davantage de mesures afin d'avoir une meilleure représentation du milieu et d'effectuer ces mesures avec une microsonde atomique qui prodigue des résultats avec une meilleure précision.

ANNEXE I

Recette de brasage utilisée à 870°C

Hb off, Hb U20 ; rmpUmin ; dwellUmin

Seg 1 : rmP.r, tgt 400, rate 20

Seg 2 : rmP.r, tgt 700, rate 10

Seg 3 : rmP.r, tgt 760, rate 5

Seg 4 : dwell, dur 15

Seg 5 : rmP.r, tgt 843, rate 5

Seg 6 : dwell, dur 4

Seg 7 : rmP.r, tgt 852, rate 0,5

Seg 8 : rmP.r, tgt 859, rate 0,2

Seg 9 : rmP.r, tgt 870, rate 0,1

Seg 10 : end, end.t, 5OP

Recette de brasage utilisée à 900°C

Hb off, Hb U20 ; rmpUmin ; dwellUmin

Seg 1 : rmP.r, tgt 400, rate 20

Seg 2 : rmP.r, tgt 700, rate 10

Seg 3 : rmP.r, tgt 760, rate 5

Seg 4 : dwell, dur 15

Seg 5 : rmP.r, tgt 863, rate 5

Seg 6 : dwell, dur 4

Seg 7 : rmP.r, tgt 872, rate 0,5

Seg 8 : rmP.r, tgt 879, rate 0,2

Seg 9 : rmP.r, tgt 882, rate 0,1

Seg 10 : end, end.t, 5OP

BIBLIOGRAPHIE

Angelo, P. C. Subramanian Ramayyar. 2008. *Powder metallurgy : science, technology and applications*. New Delhi: Prentice-Hall of India.

American Welding Society Committee on Brazing, Soldering et Knovel. 2007. *Brazing handbook*, 5th ed.. Miami, FL: American Welding Society, 1 online resource (xxxvi, 704 p.) p.

Chang, C. T., Y. C. Du, R. K. Shiue et C. S. Chang. 2006. « Infrared brazing of high-strength titanium alloys by Ti–15Cu–15Ni and Ti–15Cu–25Ni filler foils ». *Materials Science and Engineering: A*, vol. 420, n° 1–2, p. 155-164.

Chang, C. T., Z. Y. Wu, R. K. Shiue et C. S. Chang. 2007. « Infrared brazing Ti–6Al–4V and SP-700 alloys using the Ti–20Zr–20Cu–20Ni braze alloy ». *Materials Letters*, vol. 61, n° 3, p. 842-845.

Donachie, M. 2000. « Titanium a technical guide ». < <http://app.knovel.com/web/toc.v/cid:kpTATGE013> >.

Finch, R. 2007. *Welder's handbook : a guide to plasma cutting, oxyacetylene, arc, mig and tig welding*. New York: HPBooks.

Ganjeh, E., H. Sarkhosh, M. E. Bajgholi, H. Khorsand et M. Ghaffari. 2012. « Increasing Ti–6Al–4V brazed joint strength equal to the base metal by Ti and Zr amorphous filler alloys ». *Materials Characterization*, vol. 71, n° 0, p. 31-40.

Henry, S. D. Dragolich Kathleen S. DiMatteo Nikki D. A. S. M. International. 1995. « Fatigue data book light structural alloys ». < <http://catalog.hathitrust.org/api/volumes/oclc/33358556.html> >.

Hong, In-Ting, et Chun-Hao Koo. 2006. « Microstructural evolution and shear strength of brazing C103 and Ti–6Al–4V using Ti–20Cu–20Ni–20Zr (wt.%) filler metal ». *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, vol. 24, n° 3, p. 247-252.

Jacobson, D. M. Humpston Giles. 2005. *Principles of brazing*. Materials Park, NY: ASM International.

Landolt, D. 1997. *Corrosion et chimie de surfaces des métaux*. Lausanne: Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 552 p.

Leyens, C. Peters M. John W. 2003. « Titanium and titanium alloys fundamentals and applications ».

Lütjering, G. Williams J. C. 2007. « Titanium ». < <http://public.eblib.com/choice/publicfullrecord.aspx?p=373011> >.

Mehrer, H. 1990. *Diffusion in solid metals and alloys*. Berlin; New York: Springer-Verlag.

Mehrer, H. 2007. *Diffusion in solids : fundamentals, methods, materials, diffusion-controlled processes*. Berlin; New York: Springer.

Perrin, A. 2007. « Microscopie électronique à balayage et microanalyse ». < http://www.cmeba.univ-rennes1.fr/Principe_MEB.html >.

Rokvam, M. 2011. « Caractérisation de microstructures de joints brasés avec les alliages BCu-1, BAg-13a, BAu-4, BAu-6, BNi-1a, BNi-2, BNi-3 et Palnicro 36m ayant pour métal de base un superalliage base nickel ». École de Technologie Supérieure.

Ruiz-Vargas, J. 2014. « Étude des mécanismes de formation des microstructures lors du brasage isotherme de superalliages à base de nickel ». Montréal, École de technologie supérieure.

Schwartz, M. 2003. « Brazing ». < <http://www.books24x7.com/marc.asp?bookid=42628> >.

Shapiro, A. Rabinkin A. 2003. « State of the art of titanium-based brazing filler metals ». *Welding Journal*, vol. 82, n° 10, p. 36-43.

Shiue, R. K., S. K. Wu, Y. T. Chen et C. Y. Shiue. 2008. « Infrared brazing of Ti50Al50 and Ti-6Al-4V using two Ti-based filler metals ». *Intermetallics*, vol. 16, n° 9, p. 1083-1089.

Stephens, J. A. S. M. International American Welding Society Ibsc International Brazing. 2006. *Brazing and soldering : proceedings of the 3rd International Brazing and Soldering Conference, April 24 - 26, 2006, Crowne Plaza Riverwalk Hotel, San Antonio, Texas, USA*. Materials Park, Ohio: ASM Internat.

Thomas, P.-F. Azan J.-L. 2006. *Précis de physique-chimie : cours et exercices : sections de technicien supérieur Bâtiment, sections de technicien supérieur Étude et économie de la construction*. Rosny: Bréal.

Turner, D. 2005. « Évolution microstructurale des joints brasés sur l'inconel 718 avec les alliages BNi-2 et PALNICRO 36M ». Montréal, École de technologie supérieure.

Yeom, J.-T. 2012. « Prediction of Microstructure Evolution in Hot Backward Extrusion of Ti-6Al-4V Alloy ». *Journal of Metallurgy*, vol. 2012.