Optimisation des conditions de brasage des carbures de tungstène aux aciers outils utilisés dans l'industrie de la transformation du bois

par

Ludovic JEGO

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION DE LA MAÎTRISE AVEC MÉMOIRE EN GÉNIE AVEC CONCENTRATION PERSONNALISÉE M. SC. A.

MONTRÉAL, LE 13 DECEMBRE 2023

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE UNIVERSITÉ DU QUÉBEC





Cette licence <u>Creative Commons</u> signifie qu'il est permis de diffuser, d'imprimer ou de sauvegarder sur un autre support une partie ou la totalité de cette œuvre à condition de mentionner l'auteur, que ces utilisations soient faites à des fins non commerciales et que le contenu de l'œuvre n'ait pas été modifié.

PRÉSENTATION DU JURY

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Mohammad Jahazi, directeur de mémoire Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

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

Mme Elmira Moosavi, examinatrice du mémoire Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

IL A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 6 DECEMBRE 2023

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

Le mémoire est une aventure longue mais pleinement enrichissante grâce à ses apports, de connaissances mais aussi de rencontres. Il me tient ainsi à cœur d'adresser des remerciements aux personnes qui m'ont accompagné dans ce voyage et participé à cette grande étape de mon parcours.

Je tiens tout d'abord à remercier mon directeur de recherche, Mohammad Jahazi, à qui j'adresse mes plus sincères remerciements. Ses qualités de professeur, pédagogue, directeur de recherche et son humanité m'ont accompagné dans ce projet et m'ont permis de grandir. Son écoute et sa pédagogie sont essentielles dans mon apprentissage dans un domaine complexe comme la métallurgie.

Je tiens aussi à remercier l'entreprise DK-SPEC pour son accompagnement dans ce projet et surtout Majid Heidari et Éric Lehoux pour leur aide, accompagnement, disponibilité et écoute.

Je remercie également l'ensemble des étudiants de la chaire de recherche CM2P qui ont pu m'accompagner et me guider sur la bonne voie dans cette recherche, et tout particulièrement Muftah Zorgani, Vanella Mbakop Nanshie, Charly Franklin Eboua Epoté et Hamza Sofiane Meddas pour leur disponibilité, écoute et aide.

Une pensée spéciale à Mohammad Saadati et Radu Romanica pour leurs disponibilités et aide dans la réalisation des expériences qui ont abouti à ce mémoire.

Et enfin, je tiens évidemment à remercier ma famille, mes amis qui m'accompagnent encore aujourd'hui dans mes projets et me permettent d'avancer dans la meilleure direction et de la meilleure des manières.

Optimisation des conditions de brasage des carbures de tungstène aux aciers outils utilisés dans l'industrie de la transformation du bois

Ludovic JEGO

RÉSUMÉ

Ce mémoire se focalise sur l'impact des paramètres de fabrication sur le procédé de brasage. Des cas de casse sont à relever notamment autour du joint brasé mais aussi proche de l'épaulement des dents des scies. Deux principales raisons des casses ont été supposées, la présence de composés intermétalliques dans le joint, et la présence de contrainte résiduelle. Une investigation a été menée pour déterminer les paramètres les plus impactant et ainsi planifier les premières expériences. Trois paramètres ont été sélectionnés, température de brasage, température de recuit court et temps de 1^{er} refroidissement.

Une première série d'expérience a permis de cadrer les différents intervalles des paramètres de fabrication pour l'étude. Cette série a permis de mettre en lumière que les échantillons qui n'ont pas reçu de recuit court présentent de bons résultats en termes de résistance au cisaillement. Deux nouveaux plans d'expérience ont été créés grâce à l'analyses des échantillons fabriqués, un avec et l'autre sans recuit court.

Les plans d'expériences ont été réalisés puis analysés. Des surfaces de réponses ont été créées pour mettre en forme les résultats et procéder à la modélisation et l'optimisation. La modélisation n'a pas permis d'obtenir de relation mathématique statistiquement utilisable mais a permis de mettre en lumière le fait que les captures de données réalisées présentées du bruit.

Une étude annexe a été menée pour analyser l'intérêt d'un recuit court dans le cycle thermique du procédé. Des analyses de microstructure, dureté et contrainte résiduelle ont été conduites et ont permis de montrer que la différence entre les échantillons avec et sans recuit court n'était pas significative et donc une amélioration du procédé passerait par la suppression du recuit court dans le cycle. Cela permettrait un gain significatif de temps de fabrication tout en conservant les propriétés mécaniques des scies.

Mots-clés : Brasage, Recuit court, Composés intermétalliques, Contraintes résiduelles, Carbure de tungstène

Optimizing conditions for brazing tungsten carbides to tool steels used in the wood processing industry

Ludovic JEGO

ABSTRACT

This thesis focuses on the impact of manufacturing parameters on the brazing process. Cases of breakage are particularly notable in the vicinity of the brazed joint and near the shoulder of the saws. Two main reasons for these failures were suspected: the presence of intermetallic compounds in the joint and the presence of residual stress. An investigation was carried out to determine the most influential parameters and plan the initial experiments. Three parameters were selected: brazing temperature, short annealing temperature, and first cooling time.

A first series of experiments defined the different ranges of manufacturing parameters for the study. This series revealed that samples that did not undergo short annealing showed good shear strength results. Two new sets of experiments were designed based on the analysis of the manufactured samples, one with short annealing and the other without.

The experiments were conducted and analyzed. Response surfaces were created to shape the results and perform modeling and optimization. The modeling did not yield a statistically usable mathematical relationship but highlighted that the data collected had noise.

An additional study was conducted to analyze the benefits of short annealing in the thermal cycle of the process. Microstructure, hardness, and residual stress analyses were performed and showed that the difference between samples with and without short annealing was not significant. Therefore, process improvement would involve eliminating short annealing from the cycle. This would result in a significant reduction in manufacturing time while maintaining the mechanical properties of the saws.

Keywords: Brazing, Short Annealing, Intermetallic Compounds, Residual Stresses, Tungsten Carbide

TABLE DES MATIÈRES

			Page
INTRO	ODUCTI	ON	1
СНАР	PITRF 1	REVUE DE LITTÉRATURE	3
11	Brasage		
1.1	Caracté	ristique du métal d'annort	
1.2	Caracté	ristique de metar d'apportantes ristiques des matériaux de base	9
1.5	Temps	et température	12
1.1	Recuit	court	12
1.6	Plan d'e	expérience sur Minitab et DesignExpert	
СНАР	NTRE 2	DÉFINITION DU SUIET ÉTUDIÉ	25
2 1	Context	e et problématique	25
2.1	Objectit	fs et originalités	23
2.2	Technic	ues expérimentales	
2.5	2 3 1	Machine de brasage Gerling Automation GLL	20
	2.3.1	Attaque chimique	30
	2.3.2	Mesure de dureté	30
	2.3.3	Microscope I FXT4100	30
	2.3.1	Microscope à balavage électronique · TM3000 Hitachi	31
	2.3.5	Mesure de contraintes résiduelles	31
	2.3.0	Mesure de résistance au cisaillement	31
24	Matéria	ux étudiés	32
2.1	2.4.1	Métal de base	32
	2	2 4 1 1 Microstructure	32
		2.4.1.2 Dureté	35
		2.4.1.3 Contraintes résiduelles	37
	2.4.2	Carbure	39
	2.4.3	Métal d'apport	
	2.4.4	Flux	
СНАР	NTRE 3	ANALYSES PRÉLIMINAIRES	/1
3.1	Introduc	vion	
3.1	Hypoth	2001	
3.2	Cycle d	e hracage	
3.5	Méthod	e evnérimentale	
3.5	Résultat	ts et discussions	
5.5	3 5 1	Screening	
	357	Tests de résistance au cisaillement	
	353	Épaisseur de couche de composés intermétalliques	
	3.5.4	Compositions des IMCs	

CHAP	PITRE 4	PLANS D'EXPÉRIENCE	55
4.1	1 Introduction		
4.2	Méthode	e expérimentale	57
4.3	Résultat	s et discussions	61
	4.3.1	Tests de résistance au cisaillement dent	61
	4.3.2	Tests de résistance au cisaillement épaulement de la dent	64
	4.3.3	Épaisseur de composé intermétalliques	66
	4.3.4	Effet du traitement de recuit	67
	4.3.5	Optimisation	71
CHAP	PITRE 5	IMPACT OF SHORT TIME ANNEAL ON AISI 8670 TOOL	
		STEEL SAW DURING INDUSTRIAL BRAZING PROCESS	77
5.1	Abstract	t	77
5.2	Introduc	tion	78
5.3	Experim	nental procedure	81
	5.3.1	Materials used	81
	5.3.2	Selected samples	82
	5.3.3	Analysis	84
	5.3.4	Preparation 85	
5.4	Results	and discussion	86
	5.4.1	Selected samples from shear resistance tests over brazed samples	86
	5.4.2	Microstructure	91
	5.4.3	Hardness	93
	5.4.4	Residual Stress	97
5.5	Conclus	ions	101
5.6	Acknow	ledgements	101
CHAP	PITRE 6	MISE EN PLACE INDUSTRIELLE	103
6.1	Introduc	tion	103
6.2	Tests de	reproductibilité	103
6.3	Gains in	dustriels potentiels	109
CONC	CLUSION	1	111
RECC	MMANI	DATIONS	112
BIBLI	OGRAPI	HIE	113

LISTE DES TABLEAUX

Page

Tableau 2.1	Composition de l'AISI 8670 en pourcentage massique (wt %)32
Tableau 2.2	Tableau de composition du carbure TMK22
Tableau 2.3	Tableau de composition de métal d'apport Brazetec 4900A40
Tableau 3.1	Différentes échantillons fabriqués avec les paramètres de fabrication47
Tableau 3.2	Tableaux récapitulatifs des résultats aux tests de résistance au cisaillement en kN48
Tableau 3.3	Tableau récapitulatif des résultats d'analyse de présence d'IMCs dans les zones d'intérêts51
Tableau 4.1	Tests à réaliser pour DoE avec recuit
Tableau 4.2	Tests à réaliser pour DoE sans recuit60
Tableau 4.3	Paramètres utilisés pour DoE D-Optimal61
Tableau 4.4	Résultats de résistance au cisaillement sur joint pour DoE avec recuit
Tableau 4.5	Résultats de résistance au cisaillement sur joint pour DoE sans recuit
Tableau 4.6	Résultats de résistance au cisaillement sur épaulement de la dent pour DoE avec recuit
Tableau 4.8	Tests de dureté préliminaires pour DoE 1 avec recuit
Tableau 4.9	Tests de dureté préliminaires pour DoE 2 sans recuit70
Tableau 4.10	Modélisation pour DoE 1 avec recuit71
Tableau 4.11	Modélisation pour DoE 2 sans recuit72
Tableau 5.1	Chemical composition of different materials of the study (wt. %)82
Tableau 5.2	Chemical composition of different materials of the study (wt. %)
Tableau 5.3	Characterization of the samples from the thermal cycle without

anneal......90

XIV

Tableau 6.1	Paramètres utilisés pour tests de reproductibilité	104
Tableau 6.2	Résultats pour cycle 1	105
Tableau 6.3	Résultats cycle 2	106
Tableau 6.4	Résultats cycle 3	107

LISTE DES FIGURES

Page

Figure 1.1	Différentes étapes de brasage tirée de Way, Willingham et Goodall (2020)
Figure 1.2	Effet de la teneur en Mo sur la résistance au cisaillement des joints brasés Al2O3/Nb tirée de Wang, Li et Wang (2018)
Figure 1.3	Brasage de Ti-Cu-Nu à de la céramique et TC4, effets de la température de brasage sur la résistance au cisaillement du joint brasé Tirée de Shi, Zhang, Pan, <i>et al.</i> (2018)14
Figure 1.4	Effets de la température de brasage sur la résistance au cisaillement tirée de Qin et Feng (2009)15
Figure 1.5	Effets des technologies de brasage sur les propriétés : (a) résistance au cisaillement et dureté en fonction de la température ; (b) saturation magnétique et coercivité en fonction de la température ; (c) résistance au cisaillement et dureté en fonction de la vitesse de chauffage ; (d) saturation magnétique et coercivité en fonction de la vitesse de chauffage ; (e) résistance au cisaillement et dureté en fonction du refroidissement ; (f) saturation magnétique et coercivité en fonction du refroidissement tirée de Yang <i>et al.</i> (2014)
Figure 1.6	Evolution de la résistance au cisaillement en fonction du temps de liaison tirée de Moslem Paidar <i>et al.</i> (2021)18
Figure 1.7	Mesures de cisaillement pour un échantillon collé avec du Cu-Sn en fonction du temps de collage tirée de Cooke, Khan et Oliver (2013)
Figure 1.8	Effet de la température sur les valeurs de microdureté à travers l'interface de liaison tirée de Moslem Paidar <i>et al.</i> (2021)19
Figure 1.9	Effet du temps de maintien sur la résistance au cisaillement tirée de Qin et Feng (2009)
Figure 1.10	Analyse de la densité et de la porosité du cermet fritté : (a) densité obtenue à différents temps de maintien, et (b) porosité à différents temps de maintien du cermet fritté à 1200°C, sous une pression de compression constante de 160 MPa tirée de Hasan <i>et al.</i> (2019)21
Figure 1.11	L'influence du traitement thermique sur la résistance au cisaillement des joints de brasure tirée de Tillmann <i>et al.</i> (2020)22

XVI

Figure 2.1	Produits disponibles chez DK-Spec	25
Figure 2.2	Exemples de scies présentant des problèmes	26
Figure 2.3	Gerling Automation GLL	29
Figure 2.4	AISI 8670 vue de surface au TM3000 x5000	33
Figure 2.5	AISI 8670 vue dans le sens de l'épaisseur au TM3000 x5000	34
Figure 2.6	Schéma représentatif des échantillons étudiés avec localisation des profils de dureté	35
Figure 2.7	Profil de dureté AISI 8670 en surface	36
Figure 2.8	Profils de dureté AISI 8670 en profondeur	36
Figure 2.9	Localisation des points de mesure pour tests de contrainte résiduelles	37
Figure 2.10	Schéma explicatif de la découpe des échantillons pour vues sur l'épaisseur	38
Figure 2.11	Mesures de contraintes résiduelles en surface sur échantillon de base	38
Figure 2.12	Mesures de contraintes résiduelles dans l'épaisseur sur l'échantillon de base	39
Figure 3.1	Cycle thermique employé pour procédé de brasage	43
Figure 3.2	Anneau utilisé sur la machine de brasage Gerling Automation GLL à DK-Spec	44
Figure 3.3	Diagramme représentatif du plan d'expérience	46
Figure 3.4	Localisation des lignes de vues pour analyses de microstructure	50
Figure 3.5	Analyse EDS de la frontière entre joint et carbure	52
Figure 3.6	Analyse EDS de la frontière entre joint et acier	53
Figure 4.1	Plan d'expérience du cycle thermique avec recuit	56
Figure 4.2	Plan d'expérience pour cycle thermique sans recuit	56
Figure 4.3	WAZER machine utilisée pour la découpe	59
Figure 4.4	Passage de vues au microscope vers mise en lumière de l'épaisseur grâce au module Fiji	67

Figure 4.5	Machine de dureté utilisée par le partenaire industriel	68
Figure 4.6	Optimisations pour DoE 1 avec recuit	74
Figure 4.7	Optimisation pour DoE 2 sans recuit	76
Figure 5.1	Thermal cycle of industrial brazing process at DK-Spec	83
Figure 5.2	Schema of surface view of saw's teeth with zones of interest	85
Figure 5.3	Steps of preparation to obtain thickness samples to analyze – a) produced sample, b) sample enrobed in thickness direction	86
Figure 5.4	TM3000 view that was analyzed with Fiji software for IMCs layer measurement	87
Figure 5.5	Shear strength as a function of average IMCs layer thickness for brazed saw samples	87
Figure 5.6	TTT diagram for AISI 8670	91
Figure 5.7	Samples views – Thermal cycle with anneal x1500	92
Figure 5.8	Samples views – Thermal cycle without anneal x1500	93
Figure 5.9	CCT diagram for AISI 8670 on JMATPro	94
Figure 5.10	Hardness profiles on surface direction	95
Figure 5.11	Schema of sample tested on surface with localization of hardness profile	95
Figure 5.12	Hardness profiles thickness direction - End of HAZ	97
Figure 5.13	Brazed samples. (a) Illustration of the heating lines (b) Localizations of measured points on Pulstec	98
Figure 5.14	Residual Stress measurements on surface	99
Figure 5.15	Residual stress measurements over thickness direction	99

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

AA	Avec recuit court
C/C	Cubique Centré
CTE	Coefficient d'Expension Thermique
DoE	Plan d'expérience (Design of Experiment)
IMCs	Composés intermétalliques
MEB	Microscope à balayage électronique
SA	Sans recuit court

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

°C	Degré Celsius
mm	Millimètre
μm	Micromètre
nm	Nanomètre
S	Seconde
min	Minutes
h	Heure
HV	Dureté Vickers
HRC	Dureté Rockwell
Wt%	Pourcentage massique
kN	kiloNewton
Kgf	kilogramme force
MPa	MégaPascal
Ag	Argent
Co	Cobalt
Cr	Chrome
Cu	Cuivre
Mn	Manganèse
Mo	Molybdène
Nb	Niobium
Ni	Nickel
Та	Tantale
Ti	Titane
V	Vanadium
WC	Carbure de tungstène
WCCo	Carbure de tungstène cémenté
Zr	Zirconium

INTRODUCTION

Le brasage est un procédé de fabrication permettant l'assemblage de deux matériaux à l'aide d'un troisième, nommé matériau d'apport. La particularité du brasage est la suivante : le matériau d'apport seulement est mené à température de fusion. Cette technique s'est déployée rapidement dans l'industrie du fait de sa facilité de mise en place, ainsi que de son faible coût. Elle permet notamment d'améliorer les outils de coupe dans l'industrie avec l'utilisation de carbure de tungstène. L'évolution du procédé revêt alors de nombreux enjeux industriels dans les domaines du bois, des matériaux ou encore d'industries plus spécialisées comme l'aéronautique ou l'énergétique.

L'utilisation de carbure de tungstène pour améliorer les performances des outils de coupe vient de la grande dureté et durée de vie des outils en carbure de tungstène dans une industrie qui peut faire face à de nombreuses irrégularités, comme des températures extrêmes, tant en hiver ou qu'en été, du plomb, du gel, de la résine. De ce fait, les outils doivent être résistants et durables. Cependant, de telles propriétés mécaniques s'accompagnent de points négatifs comme le coût élevé des carbures, et une difficulté à les braser.

Cette maitrise s'inscrit dans le cadre d'un partenariat avec l'entreprise DK-SPEC qui œuvre dans la fabrication d'outils de coupe à bois. Le projet de recherche s'inscrit dans un processus d'amélioration et de meilleure compréhension du procédé de brasage des scies rondes. L'objectif de cette maitrise est d'apporter une meilleure compréhension du procédé en contexte industriel et d'apporter des voies d'amélioration des produits à l'aide de différentes analyses et plans d'expériences.

Dans un premier temps, une revue de littérature a été réalisée permettant une meilleure compréhension du procédé et des paramètres influençant les propriétés mécaniques recherchées. Cette revue permet aussi d'appréhender les notions de recuit court et de plan d'expérience abordés durant cette recherche.

Le second chapitre détaille l'ensemble du contexte et des méthodes expérimentales utilisées durant cette étude en définissant les matériaux d'intérêts.

Le troisième chapitre présente les analyses préliminaires qui ont permis de définir les enjeux de l'étude ainsi que le cadre dans lequel allait se dérouler celle-ci.

Le chapitre 4 permet de se concentrer sur les problèmes autour du joint brasé et les plans d'expériences mis en place pour l'étude de ce problème.

Le chapitre suivant présente l'article scientifique qui sera soumis dans une revue scientifique et qui propose de se focaliser sur la comparaison entre des produits avec un recuit court et sans recuit court, pour conclure sur l'intérêt d'un recuit court dans le procédé de brasage.

Enfin, Le dernier chapitre appréhende la mise en place industriel des solutions et leurs validités avec les possibles gains. Cette dernière section permet d'introduire les conclusions de cette recherche ainsi que les recommandations pour poursuivre le travail d'amélioration du procédé et du cadre de travail.

CHAPITRE 1

REVUE DE LITTÉRATURE

1.1 Brasage

Le brasage est un processus recherché par l'industrie en raison de sa simplicité d'application et de son coût relativement faible (X. Z. Zhang *et al.*, 2017). C'est une technique d'assemblage, qui peut être résumée en trois étapes principales : i) assemblage de la zone de joint et élévation de sa température pour atteindre la température de fusion du matériau d'apport, mais pas du reste de l'assemblage (figure 1.1 : Étape 1-4) ; ii) assurer de bonnes conditions d'humectation du matériau d'apport entre le carbure de tungstène et le substrat en acier afin de créer l'étanchéité entre eux (figure 1.1 : Étape 5) ; iii) une fois l'étanchéité en place, l'assemblage doit être refroidi dans des conditions spécifiques (figure 1.1 : Étape 6).



Figure 1.1 Différentes étapes de brasage Tirée de Way, Willingham et Goodall (2020)

Bien que la technique de brasage soit bien connue pour sa simplicité, le joint brasé est de nature hétérogène, avec différentes phases présentes dans le joint, chacune ayant différentes propriétés physiques et chimiques. De plus, la présence de porosité, la ségrégation des éléments et les contraintes résiduelles lors du refroidissement contribuent toutes à la fragilisation du joint. Par conséquent, afin d'obtenir des propriétés de joint optimales, il est d'une importance cruciale de mieux comprendre les interactions entre les paramètres du processus et la qualité du joint en termes d'homogénéité microstructurale ainsi que de propriétés mécaniques.

1.2 Caractéristique du métal d'apport

Le métal d'apport joue un rôle crucial dans la réalisation d'un joint brasé réussi. Cela inclut, entre autres : sa fluidité, sa stabilité pendant l'opération, sa mouillabilité, son taux de volatilité, sa capacité à créer des liaisons avec les matériaux de base, son érosion et son état de surface. D'autres facteurs secondaires influencent ces caractéristiques. Par exemple, l'écoulement du métal d'apport est influencé par divers facteurs dynamiques telles que la viscosité, la pression de vapeur, la gravité et les réactions métallurgiques entre le métal d'apport et le métal de base. De plus, la mouillabilité comprend divers facteurs tels que l'angle de contact avec la surface, l'énergie de la surface, etc. Tous ces facteurs doivent être pris en compte pour une analyse systématique (Schwartz, 1993a ; Akselsen, 1992). Les problématiques industrielles créent de nouveaux défis pour améliorer la qualité du produit en réduisant les conditions de traitement. Travailler sur le métal d'apport de brasage est un moyen de relever ces défis.

L'utilisation d'éléments additionnels dans la composition du métal d'apport permet d'améliorer les propriétés mécaniques du métal d'apport. Par exemple, l'étude suivante, (Karzhavin, Guzanov et Mineev, 2010) montre qu'en revêtant l'acier d'une couche de Cuivre, ou (Mao *et al.*, 2016) en ajoutant du carbone à la composition, on peut améliorer la résistance au cisaillement des joints. La résistance au cisaillement est la charge mesurée à la fracture sur la surface de la zone jointe, cela traduit la résistance et la qualité du joint nouvellement produit (Hernandez *et al.*, 2014).

Des éléments additionnels peuvent "agir comme une barrière pour les interdiffusions résultant en une couche de réaction relativement mince" (Mao et al., 2016). L'ajout d'éléments peut améliorer la zone de répartition du métal d'apport, comme le montre cette étude (Stalin et al., 2020). La composition du métal d'apport aura un impact sur les propriétés du métal d'apport ainsi que sur sa forme (Pashkov et al., 2019). L'ajout d'éléments impactera les propriétés du métal d'apport et en particulier le coefficient d'expansion thermique (CTE). Des contraintes résiduelles peuvent apparaître lors du brasage en raison de la différence de CTE entre les phases. C'est pourquoi il est intéressant de pouvoir agir sur le CTE pour améliorer la qualité du brasage. De plus, notre projet se concentre sur le brasage de l'acier sur du carbure de tungstène. Cependant, ces deux matériaux présentent un désaccord de CTE (Zhong et al., 2010). C'est pourquoi il est nécessaire de trouver des solutions pour résoudre ce problème. Certains éléments peuvent abaisser le CTE, comme les particules de Mo, qui peuvent notamment réduire le degré de désaccord entre les matériaux de base et les alliages d'apport et ainsi soulager les contraintes résiduelles du joint brasé. Qin et Feng, (Qin et Feng, 2009), montrent que des fissures existent dans le joint et qu'il y a une faible résistance au cisaillement sans éléments additionnels tels que Mo et Cu dans la couche intermédiaire composite. Cela est dû à la présence de "hautes contraintes résiduelles" en raison des différences de CTE "entre le composite C/C, les couches de réaction et le TC4" (Qin et Feng, 2009).

L'ajout de Mo permet de faire évoluer la résistance au cisaillement de 30%, mais une quantité excessive de Mo dans le joint "limitait la déformation du cordon de brasage en raison de la fragilité du cordon de brasage" (Qin et Feng, 2009).



Figure 1.2 Effet de la teneur en Mo sur la résistance au cisaillement des joints brasés Al2O3/Nb Tirée de Wang, Li et Wang (2018)

Cette figure montre qu'une hausse de la teneur en Mo en % en poids permettait d'abord d'augmenter la résistance du joint en raison de la réduction du désaccord de CTE entre la céramique Al2O3 et le métal d'apport. Cependant, dans un second temps, une trop grande quantité de Mo a conduit à l'apparition de micro-vides dans le joint, ce qui a détérioré les propriétés du joint (Wang, Li et Wang, 2018).

Lorsque le métal d'apport est composé d'éléments actifs, tel que le titane, il améliorera la mouillabilité du métal d'apport et la qualité du joint en permettant une réaction avec le métal de base, comme avec la céramique (Mao *et al.*, 2016). Cela s'appelle le brasage actif, qui "fait référence à une situation dans laquelle des formateurs d'oxyde et de nitrure forts tels que le titane ou le zirconium sont ajoutés au métal d'apport. Leur rôle est principalement de faciliter la formation d'une couche de réaction à la frontière entre le métal de brasage et la céramique, ce qui, à son tour, peut aider à assurer un contact interfacial intime et donc une forte résistance à la liaison" (Torvund *et al.*, 1996).

L'augmentation des éléments actifs impactera la mouillabilité du métal d'apport et donc la résistance du joint, comme le montre l'ajout de Ti dans le métal d'apport pour braser un alliage WC-Co (Li *et al.*, 2016). Les éléments actifs réagiront avec la surface du matériau de base par des réactions chimiques pour une bonne liaison métallurgique, comme avec l'ajout de l'élément Ti pour mouiller la céramique Al2O3 (Wang *et al.*, 2018). D'autres éléments peuvent jouer le rôle d'éléments actifs tels que Ta, Nb, Zr ou V (Winiowski et Różański, 2014 ; Gambaro *et al.*, 2016). Une autre étude montre que malgré l'amélioration de la mouillabilité du métal d'apport et la possibilité de réaction avec le métal de base, les éléments actifs dans les joints "n'améliorent pas la diffusion du métal à l'interface du joint et la formation de phases métal-céramique" (Gambaro *et al.*, 2016).

L'ajout d'éléments impactera la réaction qui se produit pendant le brasage et donc les couches de réaction. L'épaisseur de ces dernières peut évoluer à la hausse avec l'augmentation de certains éléments tels que le Cuivre dans les métaux d'apport de brasage (Y. Zhang *et al.*, 2017). C'est pourquoi, l'épaisseur de la couche intermédiaire est un paramètre à contrôler du fait de son lien avec la résistance du joint en raison de la "formation de phases fragiles" (Moslem Paidar *et al.*, 2021). Une augmentation de 2 fois de l'épaisseur réduit la résistance du joint (Amelzadeh et Mirsalehi, 2020). Les éléments ajoutés à la composition du métal d'apport impacteront également les paramètres de brasage tels que le temps de liaison ou la température de brasage (Cooke, Khan et Oliver, 2013) (Moslem Paidar *et al.*, 2021).

Ni et Mn ont un impact sur la température et la transformation de phase. L'ajout de Ni et Mn influencera également la résistance au cisaillement. Ni et Mn sont des éléments à ajouter en solution pour obtenir une bonne mouillabilité des matériaux en alliage dur et de l'acier inoxydable et des propriétés de résistance accrues des joints brasés en acier inoxydable (jusqu'à 450 MPa) et des alliages durs (jusqu'à 500 MPa) (Khorunov, Stefaniv et Maksymova, [s d]). Pendant le brasage, le métal d'apport réagira avec le matériau de base et créera une liaison entre les phases. Comme mentionné précédemment, différents éléments peuvent être ajoutés au métal d'apport pour permettre une meilleure mouillabilité et créer une meilleure liaison entre les phases. En fonction de la composition du métal d'apport et des matériaux de base, certains

éléments auront une meilleure diffusion dans le joint en raison des différences de compatibilité entre eux. Par exemple l'argent qui a une très haute solubilité dans le cuivre mais presque aucune dans le fer (Choudhary, Laik et Mishra, 2017). Mais la réaction doit être contrôlée car une réaction excessive impactera les propriétés du joint. Par exemple, les phases intermétalliques sont importantes pour la résistance du joint mais trop de ces phases "rendent l'interface trop fragile, ce qui nuit à la liaison" (Hasan et al., 2019). L'interaction entre les éléments peut être utilisée à l'avantage du processus pour favoriser la dissolution de certains éléments tel que le cobalt dans le carbure cémenté de base (WC-Co). Cependant, une dissolution excessive du cobalt entraîne moins de particules WC libres migrent vers le joint, "ce qui a réduit la résistance des joints" (Li et al., 2016). Cela montre que trop de dissolution ou d'interaction des éléments peut détériorer les propriétés du joint. Certains éléments migreront plus que d'autres en fonction de leurs propriétés. C'est le cas avec le cuivre qui "migre le plus en profondeur à l'intérieur du contrepartie métallique" (Gambaro et al., 2016). Dans le cas du brasage de céramiques sur des métaux, certaines compositions de métal d'apport sont principalement utilisées telles que "à base d'AgCu, à base de Ni, à base de Ti". Les réactions entre le métal d'apport et les matériaux de base peuvent créer des composés intermétalliques, par exemple le Ni réagissant avec le Ti de TC4 (Shi, Zhang, Pan, et al., 2018) ou "les composés intermétalliques (CuNi)xTiy" (Liu et al., 2011). Ces composés "sont fragiles et nuisibles aux propriétés du joint" (Liu et al., 2011 ; Shi, Zhang, Pan, et al., 2018). Des pores ou des fissures peuvent apparaître après le refroidissement du joint, réduisant directement la résistance et la ductilité de celui-ci (Wang, Li et Wang, 2018).

1.3 Caractéristiques des matériaux de base

Le brasage est couramment utilisé pour assembler différents éléments afin d'améliorer les propriétés mécaniques de l'assemblage. En raison de la diffusion des éléments, "la résistance des joints brasés est généralement supérieure à celle du métal d'apport mais inférieure à celle des matériaux de base" (Way, Willingham et Goodall, 2020). Plus les matériaux de base sont durs, moins la résistance du joint sera prévisible (Anon, 1983). En effet, cela est dû à une compatibilité métallurgique plus complexe entre les deux matériaux d'assemblage, créant d'importantes différences en termes de conductivités thermiques et de dilatations, ce qui entraîne d'importantes contraintes thermiques et résiduelles lors du refroidissement. Il a également été signalé que la préparation/nettoyage de la surface joue un rôle majeur dans la qualité du joint (Battenbough, 2011). En particulier, l'oxydation de surface et l'adhérence des impuretés doivent être évitées ; par conséquent, des efforts doivent être déployés pour développer une préparation de surface systématique afin de minimiser l'impact de l'opération sur les matériaux impliqués "car seule une attraction capillaire uniforme peut alors être obtenue" (Schwartz, 1993a). Différentes propriétés des matériaux de base affectent la contrainte pouvant résulter du brasage, comme la géométrie, le module d'Young, le point de fusion, l'épaisseur (Tillmann et al., 2020).

Mais ce n'est pas la seule façon d'améliorer la qualité du brasage. En effet, l'utilisation d'autres éléments dans le matériau de base peut améliorer son assemblage. Par exemple, certains éléments actifs tels que Ti, Cr, V ou Zr peuvent être utilisés pour améliorer la résistance d'adhérence interfaciale en développant une structure interfaciale préférée (Chen et Chiang, 2009). D'autre part, des éléments ajoutés peuvent être utilisés pour améliorer les propriétés mécaniques, avec l'ajout de Si3N par exemple (Anon, [s d]). Certains éléments en plus peuvent être utilisés pour améliorer la diffusion entre le matériau de base et le joint comme mentionné précédemment, mais ils peuvent également être utilisés comme barrière pour empêcher la diffusion de certains types d'éléments (Mustain, Brown et Ang, 2009).

Les éléments additionnels auront un impact sur la formation du joint, les propriétés mécaniques mais peuvent aussi modifier la microstructure. Wang et al., (Wang *et al.*, 2017), montre qu'augmenter la composition des matériaux de base avec une teneur en Mo peut avoir un impact sur la résistance moyenne au cisaillement des joints brasés en augmentant ou en diminuant en fonction du pourcentage en poids.

La proportion des éléments dans les matériaux de base est importante à contrôler pour obtenir les propriétés nécessaires dans le projet. Cela peut impacter la dureté, la résistance et d'autres propriétés. C'est pourquoi, "dans la plupart des applications industrielles, en particulier dans l'industrie des outils" certains éléments sont utilisés avec des proportions particulières comme "le Co qui est utilisé dans la plage de 10 à 15 % ; présentant un compromis acceptable entre la dureté et la résistance à la rupture transversale" (Hasan *et al.*, 2019).

Les éléments additionnels peuvent également être utilisés pour réduire le CTE des matériaux de base. Wang et al., (Wang *et al.*, 2017), montre que le CTE diminue avec l'ajout de Mo. Cela améliore la résistance au cisaillement des joints brasés en réduisant les contraintes résiduelles dans le système.

L'un des problèmes les plus courants dans le brasage est la différence de CTE entre tous les matériaux utilisés dans le processus. Cela peut conduire à la création de contraintes résiduelles dans le joint et réduire ensuite la résistance du système. Pour éviter cela, certaines solutions ont été étudiées. Tout d'abord, nous pouvons parler de la forme originale des matériaux de base. En effet, l'utilisation de matériaux de base sous forme de poudre pour la création de l'alliage peut réduire le CTE et permettre de réduire l'écart de ce coefficient entre les différentes phases du système, comme dans (Sechi, Tsumura et Nakata, 2010), "l'alliage carbure de tungstène/cobalt fabriqué par métallurgie des poudres à un CTE faible et une grande rigidité", ce qui est bon pour le processus.

L'utilisation d'un alliage dur tel que le carbure de tungstène WC-Co dans notre cas présente différents avantages : 1 – augmenter la résistance à l'usure et la durée de vie des outils ; 2 – économiser les alliages durs coûteux en réduisant l'étendue de la soudure (Pashkov *et al.*, 2019). Des précautions doivent être prises dans le cas du brasage d'alliages durs avec de l'acier. En effet, le métal d'apport activé ou le traitement de surface sont des solutions obligatoires pour permettre le brasage entre le WC-Co et d'autres matériaux (Li *et al.*, 2016). La solution d'utiliser un autre matériau comme matériau sacrificiel pour améliorer les caractéristiques des matériaux de base est à connaître, en particulier en utilisant un matériau de potentiel galvanique inférieur (Guía-Tello *et al.*, 2017).

En plus de tous ces paramètres, le choix du flux pendant le brasage est également important. Une atmosphère contaminée réduira la qualité du brasage en raison de la destruction des matériaux de base due à l'oxydation. Pour prévenir cela, l'utilisation de flux est fortement recommandée pendant le brasage) (Guía-Tello *et al.*, 2017 ; L Olson, Mishra et Wenman, 2001). Le flux est une solution utilisée pendant le brasage pour réagir avec les surfaces et "éliminer les oxydes formés par la diffusion de l'oxygène à travers la couche" (Way, Willingham et Goodall, 2020) et améliorer la mouillabilité du métal d'apport. Malheureusement, une conception incorrecte de la répartition du flux peut entraîner son emprisonnement dans le joint et cela peut entraîner l'apparition de "vides dans l'alliage d'apport solidifié". Dans le cas d'un brasage en atmosphère atmosphérique, des flux spécifiques tels que des "flux fluorés actifs" peuvent être utilisés pour prévenir l'oxydation, améliorer la mouillabilité et créer un meilleur joint (Winiowski et Różański, 2014). La poudre de flux en cuivre peut être utilisée comme "prévalence de l'oxydation" (Stalin *et al.*, 2020).

1.4 Temps et température

Parmi les divers paramètres de processus, la température et le temps de brasage revêtent une importance critique dans le taux de réussite des joints brasés (Schwartz, 1993a ; Schwartz, 1993b ; Liu et al., 2010 ; Felba et al., 2001). G. W. Liu et al. montrent dans leurs expériences en joignant du SiC/SiC et du SiC/Kovar par des intercalaires Ni-Si et Mo que les conditions expérimentales utilisées, en particulier le temps de maintien à une certaine température, ont un impact significatif sur les propriétés du joint, la microstructure, la résistance et la composition (Liu et al., 2010). De plus, dans une autre étude menée par G.W. Liu et al., des conclusions similaires ont été tirées lors du brasage de la zircone sur de l'acier inoxydable avec un métal d'apport Ag-Cu et de la poudre de TiH2. En effet, une augmentation de la température et du temps de maintien dans ces expériences a permis d'augmenter l'épaisseur des couches de réaction et a permis d'obtenir une meilleure résistance des échantillons (Liu et al., 2008). Il convient de noter que, pour certains outils de coupe, plus de 30 segments en carbure de tungstène sont brasés sur le substrat et donc le régime thermique entre le premier et le dernier segment est assez différent. Une telle hétérogénéité dans la distribution de la température affecte l'écoulement du métal d'apport et donc ses performances. Cela affecte également les contraintes résiduelles résultantes à la fin de l'opération de brasage. De plus, la cinétique du processus de chauffage est influencée par les matériaux qui doivent être brasés. Dans le cadre du projet actuel, le brasage du carbure de tungstène sur les aciers à outils est considéré. Cependant, bien qu'une quantité importante d'études soient disponibles sur le brasage de métaux similaires et dissemblables, la littérature est rare sur le brasage de segments de carbure de tungstène de très petite taille sur des aciers ; cependant, une certaine littérature est disponible sur l'assemblage d'autres céramiques sur des métaux, comme l'expérience de brasage d'une céramique en nitrure de silicium sur de l'acier dirigée par Blungan et al., ou même le brasage d'une céramique cimentée WC-8Co sur de l'acier au carbone (Y. Zhang et al., 2017; Blugan et al., 2007). Parmi les défis, la mouillabilité beaucoup plus faible des matériaux céramiques (le carbure de tungstène étant une céramique) et la différence de coefficient de dilatation thermique entre la céramique et le substrat métallique doivent être étudiées et optimisées pour les alliages spécifiques et la conception des joints dans le projet actuel. Par exemple, il a été rapporté que le brasage « indirect », dans lequel un intercalaire est utilisé pour recouvrir la céramique dans la zone de joint ou l'utilisation de matériaux qui présentent directement une mouillabilité adéquate avec les céramiques, a été proposé (Schwartz, 1993a).

Plus précisément, dans le cas de la méthode de brasage direct, des métaux d'apport à haute ductilité ainsi qu'une bonne endurance, tels que des métaux d'alliage à base de cuivre ou d'aluminium, ont été utilisés avec succès pour d'autres céramiques et substrats (X. Z. Zhang et al., 2017; Yang et al., 2014) et pourraient constituer un bon point de départ dans le présent projet, comme le montre Zhang et son équipe qui ont obtenu de bons résultats tels qu'une diminution de l'angle de contact « de 15° à 4° » avec Ag-28Cu comme métal d'apport (Yang et al., 2014). Cette dernière expérience permet de montrer que l'augmentation de la température du métal d'apport utilisé de 830°C à 850°C pour l'Ag-28Cu et de 1090°C à 1100°C pour le Cu permet de réduire les angles de contact finaux pour les deux systèmes mouillants, permettant ainsi un meilleur processus, comme dans leur expérience de brasage d'une céramique cimentée WC-8Co sur de l'acier au carbone en utilisant du Cu ou de l'Ag-28Cu (X. Z. Zhang et al., 2017). En revanche, l'expérience menée par Yang et al., montre que l'augmentation de la température de brasage peut diminuer la dureté et la coercivité, l'augmentation du taux de chauffage, augmenter la dureté et la coercivité en brasant un carbure cémenté avec de l'acier inoxydable, en utilisant un carbure cémenté ultrafin gradé M310SF et de l'acier inoxydable de type 17-4PH (Yang et al., 2014). Enfin, bien que, comme mentionné ci-dessus, le cycle thermique soit un facteur important dans le processus de brasage, il revêt une importance capitale lorsqu'il s'agit de brasage de céramiques sur des substrats métalliques, car une température de brasage trop élevée pourrait entraîner un nombre inacceptable de microfissures dans le joint (Uysal, Eryildiz et Altan, 2019). Même si un brasage à haute température peut permettre une meilleure résistance dans le joint, il peut également entraîner une déformation de la forme et aller à l'encontre de ce qui est souhaité, voire entraîner une augmentation des vides (Anon, [s d]). Des solutions existent pour remédier à cela, comme concentrer la chaleur sur la zone d'effet. Cela peut être possible avec un faisceau laser, par exemple (Chen et Chiang, 2009).



Figure 1.3 Brasage de Ti-Cu-Nu à de la céramique et TC4, effets de la température de brasage sur la résistance au cisaillement du joint brasé Tirée de Shi, Zhang, Pan, *et al.* (2018)

D'autre part, une basse température peut rendre l'écoulement du matériau plus difficile (Tillmann et al., 2020). Cela peut créer des cavités dans le joint de brasage et limiter les zones d'assemblage. Une augmentation de la température « favorise la réaction interfaciale, améliorant la résistance du joint » (Shi, Zhang, Pan, et al., 2018) comme le montre la figure 3. Le temps et la température sont des paramètres qui auront un impact sur la résistance du joint, mais peuvent également influencer la couche, « en particulier l'épaisseur de la couche » (Qin et Feng, 2009). La température et le temps de maintien influencent la microstructure du système, en particulier à l'interface, qui est une liaison intime avec les propriétés mécaniques des joints (Simões, 2018). C'est pourquoi ils doivent correspondre au traitement thermique souhaité pour le système de brasage (Lukin, Rylnikov et Afanasyev-Khodykin, 2015). L'augmentation de la température ou du temps de maintien peut entraîner une augmentation de la résistance au cisaillement du joint. Cependant, une augmentation excessive de ces paramètres conduit à une faible résistance. Une température élevée de brasage « conduit à la dégradation des propriétés des matériaux » en raison du « grossissement des grains dans l'acier » (Zhong et al., 2010; Liu et al., 2011; Amelzadeh et Mirsalehi, 2020). Une élévation excessive de la température « provoque de grandes contraintes dans le joint et réduit les
résistances au cisaillement » (Yang *et al.*, 2014). En augmentant la température, elle « peut encourager l'activation thermique » pour permettre une meilleure réaction pendant le brasage. D'autre part, en augmentant le temps de maintien du processus, cela « renforce la diffusion atomique, ce qui accélère la réaction interfaciale efficace » (Li, Sheng et Huang, 2015).



Figure 1.4 Effets de la température de brasage sur la résistance au cisaillement Tirée de Qin et Feng (2009)

Cette étude montre l'évolution de la résistance au cisaillement dans les joints avec « l'élévation de la température et le prolongement du temps de maintien ». Premièrement, la résistance au cisaillement augmente, puis diminue avec une élévation excessive de ces paramètres (Yang *et al.*, 2014 ; Shi, Zhang, Tian, *et al.*, 2018). La température aura un impact sur l'apparition de composés intermétalliques (Gambaro *et al.*, 2016). Cependant, les composés intermétalliques (IMCs) ont un impact négatif sur les propriétés du joint, ce qui réduit la résistance du joint (Wang, Li et Wang, 2018). « L'épaississement des IMCs fragiles accélèrerait la propagation des fissures, puis diminuerait la résistance de liaison » (Wang, Li et Wang, 2018). C'est pourquoi il est vraiment important de contrôler la température, en plus de ce qui a été dit précédemment, en raison du risque que les composés intermétalliques peuvent représenter pour le joint.

Un dernier axe d'influence de ce paramètre est que la température a un impact sur la diffusion des composants des matériaux pendant le brasage (Fan, Fan et Wang, 2019). En raison de la diffusion des composants, une ségrégation des particules peut apparaître, ce qui est l'un des challenges à surmonter pendant le brasage car cela peut endommager la résistance du joint en créant des « régions riches en particules et des zones dénudées simultanément dans le joint. Ils représentent "des sites de défaillance préférentielle lors de la charge mécanique" (Moslem Paidar *et al.*, 2021). C'est pourquoi la température, en raison de son impact sur la diffusion, doit être contrôlée.

L'étude de Yang et al., 2014, (Yang *et al.*, 2014) montre une tendance contradictoire entre la résistance au cisaillement et la dureté à un taux de chauffage élevé. On peut voir sur ces graphiques qu'avec l'augmentation de la température de brasage, la résistance au cisaillement augmente d'abord puis diminue, tandis que la dureté ne diminue que comme illustré sur la figure 1.5.



Figure 1.5 Effets des technologies de brasage sur les propriétés : (a) résistance au cisaillement et dureté en fonction de la température ; (b) saturation magnétique et coercivité en fonction de la température ; (c) résistance au cisaillement et dureté en fonction de la vitesse de chauffage ; (d) saturation magnétique et coercivité en fonction du refroidissement ; (f) saturation magnétique et coercivité en fonction du refroidissement ; (f) saturation magnétique et coercivité en fonction du refroidissement ; Tirée de Yang *et al.* (2014)

La température de liaison influence l'infiltration de certains éléments tel que le matériau de remplissage en verre sur le matériau de base dans cette étude. Cela peut avoir un impact sur les propriétés du joint (Simões, 2018).



Figure 1.6 Evolution de la résistance au cisaillement en fonction du temps de liaison Tirée de Moslem Paidar *et al.* (2021)



Figure 1.7 Mesures de cisaillement pour un échantillon collé avec du Cu-Sn en fonction du temps de collage Tirée de Cooke, Khan et Oliver (2013)

Les figures 1.6 et 1.7 montrent l'influence du temps de liaison sur la résistance au cisaillement dans le cas du brasage de SiC et d'IN738 (Moslem Paidar *et al.*, 2021) et la résistance au cisaillement pour des échantillons brasés en utilisant du Cu-Sn en fonction du temps de liaison (Moslem Paidar *et al.*, 2021). Elles illustrent l'impact positif qu'une augmentation du temps de liaison peut avoir sur la résistance au cisaillement du joint. Cependant, si le temps de liaison est trop court, la diffusion de la température peut ne pas se produire et conduire à un « métal intercalaire non réagi » (Różański et Adamiec, 2012). « Leurs propriétés mécaniques et leurs caractéristiques de liaison varient considérablement avec l'augmentation des temps de maintien » pour le brasage du WC-Co/Ni et de l'acier inoxydable (Hasan *et al.*, 2019). La dureté croît avec l'augmentation du temps de liaison. Cela peut s'expliquer, dans cette étude, par l'apparition de composés intermétalliques tels que Al-Cu et Mg-Sn dans la région du joint (Cooke, Khan et Oliver, 2013).



Figure 1.8 Effet de la température sur les valeurs de microdureté à travers l'interface de liaison Tirée de Moslem Paidar *et al.* (2021)

Cette condition peut avoir un impact négatif sur le joint car une dureté plus élevée dans le brasage crée une région cassante qui peut facilement rompre. L'augmentation du temps de liaison offre une meilleure couche réactive à l'interface de liaison et permet d'intensifier la diffusion des éléments. En effet, « on s'attend à ce qu'une augmentation du temps de liaison

facilite une diffusion plus importante des éléments » (Moslem Paidar *et al.*, 2021). C'est une solution pour compenser le problème de la discordance des CTE qui permet plus de diffusion en augmentant le temps de maintien pendant le brasage (Hasan *et al.*, 2019). Cependant, un temps de brasage trop long peut entraîner une réduction de la « cohérence le long de la frontière des fronts de cristallisation », ce qui conduit à une diminution de la résistance au cisaillement du joint, comme illustrée dans le graphique suivant (Qin et Feng, 2009 ; Różański et Adamiec, 2012).



Figure 1.9 Effet du temps de maintien sur la résistance au cisaillement Tirée de Qin et Feng (2009)

Hasan et al. (2019) ont montré que la formation des porosités, qui peut réduire la résistance du joint, a tendance à diminuer avec l'augmentation du temps de maintien. C'est une tendance opposée à la densité, qui augmente avec le temps de maintien, tout cela est illustré dans la figure 1.10 (Hasan *et al.*, 2019).



Figure 1.10 Analyse de la densité et de la porosité du cermet fritté : (a) densité obtenue à différents temps de maintien, et (b) porosité à différents temps de maintien du cermet fritté à 1200°C, sous une pression de compression constante de 160 MPa Tirée de Hasan *et al.* (2019)

La température utilisée pendant le brasage, en plus de son rôle de fusion du métal d'apport, aura un impact sur la microstructure existante et les propriétés des matériaux de base. C'est pourquoi le traitement thermique est une façon de lutter contre ces changements et d'utiliser la température comme un avantage pour conserver les propriétés nécessaires, et en particulier lutter contre les contraintes résiduelles. En effet, le traitement thermique post-brasage « conduit à une déformation plastique locale dans la zone où la contrainte résiduelle est suffisante », à une température supérieure à 450°C. La température ne doit pas être trop élevée pour éviter toute recristallisation du carbure qui pourrait réduire la résistance du joint (L Olson, Mishra et Wenman, 2001 ; Zhang *et al.*, 2007). Un refroidissement rapide après le brasage et un bon traitement thermique permettant un durcissement par précipitation sont des moyens d'obtenir une structure ductile et de faibles contraintes résiduelles comme le montre la figure 11 (Tillmann *et al.*, 2020).



Figure 1.11 L'influence du traitement thermique sur la résistance au cisaillement des joints de brasure Tirée de Tillmann *et al.* (2020)

1.5 Recuit court

Le recuit est une étape importante d'un cycle thermique permettant d'atteindre les requis en termes de microstructure, de dureté et de propriétés mécaniques (Gu *et al.*, 2013 ; Li, Li et Liao, 2006). De plus, c'est une pratique commune dans l'industrie de procéder à un recuit court après le brasage. Cependant, il n'existe que très peu d'informations sur l'impact du procédé de recuit court sur des scies brasées de l'industrie du bois. Le recuit a pour principal intérêt dans le cadre du brasage de réduire les contraintes résiduelles induites par le procédé de brasage.

1.6 Plan d'expérience sur Minitab et DesignExpert

Dans le cadre d'une étude comparative pour un procédé de fabrication, il est intéressant de regarder du côté des méthodes d'analyses scientifiques. Un plan d'expérience permet de créer une série d'expériences en suivant différents modèles mathématiques. Les expériences peuvent se calquer sur les différentes études réalisées dans la littérature et les paramètres étudiés, notamment autour de la température et du temps du procédé comme développé précédemment. De plus, les plans d'expériences présentent des avantages dans le cadre d'un projet en partenariat avec un industriel : ils permettent de maximiser la prise d'informations en un

minimum de tests dans le cadre d'un projet. Cela permet ainsi des économies de temps et d'argent. Le plan d'expérience crée des relations mathématiques permettant de développer des modèles de régression prédictifs afin d'optimiser un procédé (Javidikia *et al.*, 2020). L'étude précédente a permis de mettre en lumière les paramètres les plus influents du brasage. Ainsi les plans d'expériences réalisés par la suite vont se focaliser sur certains paramètres afin de limiter les études : température, temps et aussi compositions fixées pour les matériaux de base et le métal d'apport.

CHAPITRE 2

DÉFINITION DU SUJET ÉTUDIÉ

2.1 Contexte et problématique

Le domaine du bois est une industrie extrêmement importante de l'économie canadienne. C'est dans ce contexte que s'inscrit l'entreprise DK-SPEC qui est une entreprise leader de la fabrication d'outils de coupe à bois. La compagnie fabrique de nombreux types d'outils de coupe qui s'adaptent en fonction des besoins des clients. En effet, l'industrie du bois doit faire face aux aléas de la nature comme l'ensemble des déchets dénaturant le bois (sève, impacts de balle, pierres...) mais aussi faire face aux conditions climatiques, notamment les faibles températures de l'hiver. C'est ainsi que les demandes des clients peuvent varier en fonction de la saison, des types de bois...



Figure 2.1 Produits disponibles chez DK-Spec

Ce projet concerne exclusivement l'un des produits de notre partenaire industriel : les scies rondes. Ces dernières sont fabriquées en deux temps : tout d'abord la lame en acier est traitée thermiquement pour atteindre les standards demandés par les clients, puis les lames sont brasées afin d'ajouter les carbures de tungstène à la lame. Le procédé de brasage est réalisé de manière industrielle via une machine qui, une fois les paramètres de brasage sélectionnés, va venir braser l'ensemble des dents de la scie. Cependant, l'industriel fait face à des retours clients sur ces scies, notamment celle de plus petite épaisseur, qui présente différents problèmes. Deux types peuvent apparaitre : de la casse au niveau du joint brasé ou bien sur la fin de la zone affectée thermiquement qui est communément appelée l'épaulement par le partenaire industriel; ou encore du pliage de la dent comme le montre la figure suivante :



Figure 2.2 Exemples de scies présentant des problèmes

Ainsi, deux zones d'intérêt principales se distinguent, les dents où sont réalisés les brasages et l'épaulement.

De là, les questions suivantes sont soulevées :

- Quels sont les mécanismes qui permettent d'expliquer les problèmes rencontrés ?
- Comment ces chutes de dents impactent-elles les scies produites ?
- Comment peut-on améliorer le procédé de fabrication ?
- Comment expliquer les problèmes fracture/déformation de la zone de l'épaulement des dents des scies ?
- Comment améliorer la résistance de l'épaulement des dents ?

Ces problématiques ont permis d'identifier les objectifs et les originalités de notre étude académique, abordés dans la partie suivante.

2.2 **Objectifs et originalités**

Les problématiques énoncées ci-dessus ont donc abouti à la définition de 3 grands axes d'objectifs :

- Comprendre les mécanismes de liaison qui entrent en jeu dans le brasage.
- Identifier les facteurs qui sont en jeu dans le procédé de brasage et qui affectent la qualité des scies produites.
- Proposer une nouvelle méthode de production permettant d'améliorer le procédé de fabrication des scies produites et vendues.

Les objectifs cadrent le projet mais doivent aussi s'accompagner d'une certaine originalité du fait des enjeux universitaires. En effet, cette étude portant sur le brasage de scie et le brasage de matériaux dissimilaires, il a fallu se renseigner sur les études réalisées sur ces sujets. Ce projet présente donc certaines originalités notamment du fait du contexte industriel, le choix faits dans les paramètres de fabrication pour l'optimisation, mais aussi le fait que le brasage des scies est réalisé à l'air libre alors que la plupart des articles scientifiques traitant du procédé de brasage traitent d'expériences réalisées sous vide. Ainsi, l'originalité la plus grande est la réalisation du procédé dans un contexte industriel et à l'air libre.

Les travaux et leurs conclusions viennent bien sûr s'appuyer sur les études déjà réalisées. Cependant, le projet de recherche universitaire présenté apporte une double valeur ajoutée :

- L'environnement industriel dans lequel il est réalisé.
- Le brasage des scies réalisé à l'air libre contre celui sous vide pour les articles cités.
- L'investigation sur l'intérêt d'un recuit court pendant un brasage industriel.

2.3 Techniques expérimentales

Dans ce projet, nous allons nous intéresser aux propriétés mécaniques des scies et des joints de brasage. La formation dispensée en amont a permis la maîtrise des techniques appropriées à l'analyse poussée et la capture pertinente de données, pour la suite du projet.

Ainsi, les tests ont été réalisés et analysés à partir des techniques suivantes : attaque chimique, mesure de dureté, microscope optique LEXT4100, microscope à balayage électronique TM3000 et SU8230, machine de mesure de contraintes résiduelles, machines de test de résistance au cisaillement.

2.3.1 Machine de brasage Gerling Automation GLL

Au préalable, il est intéressant de voir en détail la technologie autour de laquelle s'articule l'ensemble de ce projet. Le brasage réalisé à DK-Spec est fait à l'aide de la Gerling Automation GLL. Cette machine, d'usage industriel, est destinée à braser de manière automatisée des scies en contrôlant la température de brasage mais aussi la température de recuit et la quantité de flux durant le procédé. La machine permet de modifier les paramètres de fabrication et s'adapte à différents diamètres de scie offrant ainsi une large gamme de produits pour l'entreprise. Le système de chauffe utilisé est par induction à l'aide d'une bobine. Pour la chauffe, les hautes fréquences sont utilisées (Gerling Automation, 2023a).



Figure 2.3 Gerling Automation GLL

2.3.2 Attaque chimique

L'attaque chimique est une technique s'alliant au polissage et qui permet, une fois les échantillons préparés, d'améliorer le contraste des phases afin de révéler la micro- ou macrostructure. Pour cela, l'échantillon est plongé pour un temps donné dans une solution adaptée.

2.3.3 Mesure de dureté

La mesure de la dureté dans les échantillons préparés a été réalisée dans le but de cartographier l'évolution de la dureté dans les échantillons. C'est un test important car il permet de s'assurer de la conformité des produits. En effet, l'industriel produit des scies avec un certain standard de dureté : 42-43 HRC pour les scies. C'est une dureté nécessaire pour leurs produits afin de résister aux aléas de la production de bois, les irrégularités visibles dans les bois, le gel... Pour cela, différents types de machines ont été utilisées :

- Aussi bien en usine : Les analyses ont été faites sur la machine Struers Duramin 40 M1 afin de réaliser des résultats préliminaires ; tests réalisés en travaillant sur les plages de force HV_{0.2} et HV₁₀.
- Qu'en laboratoire : Les analyses de dureté ont été réalisées pour affiner les analyses.

2.3.4 Microscope LEXT4100

Le microscope LEXT4100 est un microscope confocal laser. Cette méthode d'observation sera utilisée en première vue pour les échantillons. Elle sera appliquée avec ou sans attaque chimique sur les échantillons, pour observer différents paramètres intrinsèques comme les caractérisations surfaciques, volumiques que l'on peut vouloir observer avec une résolution allant jusqu'à 10 nanomètres. De plus, le LEXT4100 présente des fonctions de vues de grande zone et permet d'effectuer des scans ou cartographies de zones. Ainsi, dans le cadre de cette étude, il pourra être observé des zones assez larges regroupant les matériaux de base, les matériaux d'apport mais aussi la zone du joint brasé (Olympus, 2023).

2.3.5 Microscope à balayage électronique : TM3000 Hitachi

Le microscope à balayage électronique (MEB) est une technologie permettant de créer des vues. Il est intéressant pour l'étude pour deux fonctions principales : grâce à sa résolution offrant une meilleure observation de la microstructure et des surfaces (0.4 à 10 nm). Il permet aussi en changeant le type de faisceau pour accentuer les contrastes et ainsi améliorer la qualité des vues réalisées. À cela s'ajoute la seconde fonction offerte par ces microscopes, l'accès à la composition chimique des échantillons : ces derniers sont observés sous-vide et la mise en échantillons des pièces étudiées doit être faite de manière à préserver la conductibilité afin de permettre l'évacuation des électrons et éviter l'éblouissement lors de la captation de vues.

2.3.6 Mesure de contraintes résiduelles

Du fait de notre travail avec des matériaux de natures et compositions très différentes, et comme noté dans la revue de littérature, le travail induit des contraintes résiduelles avec le brasage. De ce fait, caractériser les concentrations et l'intensité de ces contraintes est utilisé pour caractériser les différents produits de notre étude. Ainsi, il a fallu se former sur les technologies existantes. La Pulstec x360 est une machine utilisant la diffraction à rayon X (XRD). Elle s'appuie sur l'approche cos alpha, qui permet d'avoir une mesure plus rapide et moins couteuse qu'une approche sin2 phi. Ceci sera utilisé en complément des autres analyses afin de définir les scies produites, en fonction des différents paramètres choisis.

2.3.7 Mesure de résistance au cisaillement

L'un des paramètres les plus importants dans la définition des joints brasées des scies, et mis en avant dans la revue de littérature réalisée, est la résistance au cisaillement. Pour mesurer ce paramètre, l'initiative prise est de se rapprocher de la méthode utilisée par l'industriel. En effet, afin de définir la conformité des scies produites, DK-SPEC mesure la résistance au cisaillement des joints brasés à l'aide d'une machine Gerling Automation GLFPE. Pour la suite de l'étude, cette technique de test sera appliquée pour l'ensemble des scies produites et analysées. Ce choix est fait pour être au plus proche de la réalité du monde industriel. Ainsi, l'utilisation des installations existantes et fonctionnelles alliée aux choix faits, favorisent l'atteinte des objectifs fixés.

2.4 Matériaux étudiés

Comme expliqué dans la revue de littérature, le brasage fait interagir des matériaux de base et des matériaux d'apport. Le changement de ces derniers a un impact important sur la qualité des produits issus du brasage. Les compositions des matériaux sont donc fixées et en résultent les 4 choix suivants : le métal de base, le carbure, le métal d'apport et le flux.

2.4.1 Métal de base

Les échantillons avec lesquels l'étude est réalisée proviennent d'une scie à destination des scieries. L'acier utilisé est l'acier 8670., dont la composition exacte est la suivante :

Tableau 2.1Composition de l'AISI 8670 en pourcentage massique (wt %)

	Carbon	Nickel	Molybdenum	Manganese	Chromium	Silicon	Phosphorus	Sulfur
8670	<u>C</u>	Ni	Mo	Mn	<u>Cr</u>	<u>Si</u>	<u>P</u>	<u>S</u>
Min	0,64	0,70	0,05	0,40	0,30	0,20	0,000	0,000
Max	0,75	1,00	0,10	0,60	0,50	0,30	0,025	0,025

L'étude du métal de base est importante car sa maîtrise permettra d'utiliser ces données pour les comparer, si nécessaires, avec les productions réalisées. Ainsi, en amont, sont étudiées : la microstructure, la dureté et les contraintes résiduelles.

2.4.1.1 Microstructure

Des analyses de microstructure ont été réalisées. En effet, le projet concernant un procédé qui implique un cycle thermique, cette microstructure va évoluer. Avoir alors des vues du matériau de base sans avoir subis de cycle thermique servira de base de comparaison pour les analyses avec des échantillons qui sont passés par un cycle thermique. De ce fait, les échantillons de base ont été étudiés dans deux directions, la surface mais aussi l'épaisseur. Les vues ont été

réalisées à l'aide de microscope LEXT4100 et TM3000. Les échantillons testés ont été préparés en les enrobant puis attaqués chimiquement à l'aide de Nital 3% pendant 10 secondes. Les vues suivantes sont produites :



Figure 2.4 AISI 8670 vue de surface au TM3000 x5000



Figure 2.5 AISI 8670 vue dans le sens de l'épaisseur au TM3000 x5000

Les vues réalisées permettent d'en apprendre plus sur la microstructure du métal de base. La microstructure est, d'après ces vues, ferritique. Ce type de microstructure est visible à la fois sur la surface mais aussi dans la direction de l'épaisseur. Il faut compléter cette analyse de profils de dureté. On observe effectivement une microstructure ferritique (Hamidreza M. Shirazi *et al.*, 2022 ; H. M. Shirazi *et al.*, 2022) avec les grandes particules visibles sur les vues. La microstructure semble ainsi être identique en surface mais aussi en profondeur.

2.4.1.2 Dureté

Des profils de dureté ont été réalisés à l'aide de la machine de l'ÉTS. Avec La méthode Vickers a été réalisé et permet d'obtenir des profils dans différentes directions. Il a été fait le choix de porter les tests sur des zones spécifiques qui sont les zones d'intérêts du projet. Sur la surface, les profils ont été faits avec une force de 10kgf. Dans l'épaisseur, les profils ont été faits avec une force de 0.2kgf. L'ensemble des profils réalisés comportait plusieurs lignes de 8 à 10 points dépendamment des localisations. Les mesures ont été répétées 3 fois pour inclure un intervalle d'erreur.

Les profils sont localisés de la manière suivante :



Figure 2.6 Schéma représentatif des échantillons étudiés avec localisation des profils de dureté



Les profils réalisés donnent les résultats suivants :

Figure 2.7 Profil de dureté AISI 8670 en surface



Figure 2.8 Profils de dureté AISI 8670 en profondeur

2.4.1.3 Contraintes résiduelles

Dans un dernier temps, des analyses de contraintes résiduelles sont réalisées. Une nouvelle fois sur les zones d'intérêts. Les résultats ont été obtenus grâce à la Pulstec micro x360 et mesurés sur les zones suivantes :



Figure 2.9 Localisation des points de mesure pour tests de contrainte résiduelles

On compte 9 points. L'image ci-dessus représente le placement des points sur un échantillon brasé. Les points ont été placés sur les traces dues au cycle thermique. Pour l'échantillon de base, les points ont été placés dans les mêmes zones. Ces placements concernent les mesures faites en surface. À cela s'ajoutent des mesures sur l'épaisseur qui ont été faites de la manière suivante : 3 points mesurés dans chacune des zones pour la répétabilité de la mesure.



Figure 2.10 Schéma explicatif de la découpe des échantillons pour vues sur l'épaisseur

En voici les résultats :



Figure 2.11 Mesures de contraintes résiduelles en surface sur échantillon de base



Figure 2.12 Mesures de contraintes résiduelles dans l'épaisseur sur l'échantillon de base

Il est intéressant de relever que sur les mesures de surfaces, les valeurs obtenus en termes de contraintes résiduelles sont plus élevées sur les bords de l'échantillon que dans le centre. Malgré tout, les points mesurés présentent une tendance similaire qui est du signe de la valeur mesurée. En effet, les contraintes sont fortement négatives, ce qui implique que ce sont des contraintes en compression qui ont été mesurées. C'est ce qui est recherché pour ce type de produit pour une utilisation industrielle, car de fortes contraintes résiduelles peuvent mener à l'apparition de fissures.

2.4.2 Carbure

Il en va de même pour le carbure. L'entreprise utilise différents carbures pour ses scies en fonction des demandes des clients. Pour notre étude, il a fallu fixer la composition du carbure. Le choix s'est porté sur la composition la plus utilisée par l'industriel, appelé TMK22, dont voici la composition :

Tableau 2.2	Tableau de composition du
	carbure TMK22

TMK22 (wt%)	WC	Со
	94	6

L'ajout de Cobalt dans ce carbure permet d'améliorer la ductilité de l'ensemble du carbure en limité la fragilité induite par le carbure de tungstène.

2.4.3 Métal d'apport

Enfin, la dernière partie principale de notre système et qui reste à définir est le métal d'apport. Il existe de nombreux types de matériaux d'apport mais d'après la littérature, certains sont mieux adaptés que d'autres notamment dans le brasage de matériaux dissimilaires comme ici entre un carbure et un acier. Ainsi, il a été fait le choix d'utiliser le métal d'apport utilisé par le partenaire industriel au quotidien, dont l'intervalle de travail est 680 à 720 °C, produit acheté chez leur fournisseur Brazetec, nommé 4900A et dont voici la composition :

Tableau 2.3Tableau de composition de métal d'apport Brazetec 4900A

Brazetec 4900A	Ag	Cu	Zn	Mn	Ni
(wt%)	49	27,5	20,5	2,5	0,5

2.4.4 Flux

Un dernier élément est à définir dans cette partie, c'est le flux. Il est fixe et a été choisi d'après les recommandations du fournisseur du métal d'apport. Il permet une meilleure protection pour ce type de brasage. La référence est Brazetec h285 paste.

CHAPITRE 3

ANALYSES PRÉLIMINAIRES

3.1 Introduction

Maintenant que nous avons défini nos problématiques, objectifs, techniques et système, nous pouvons nous intéresser à la première partie de nos analyses. En effet, la revue de littérature réalisée nous a amenés à réfléchir aux différents facteurs qui peuvent influencer le brasage. Nous faisons face à une chute aléatoire des dents brasées ; il faut donc mettre en place une méthode qui pourrait nous permettre d'évaluer l'influence des paramètres et trouver une explication à ces chutes.

Nous devons ainsi définir les hypothèses qui pourraient expliquer ces chutes, en veillant à l'adéquation de nos analyses avec les besoins et les réalités de production de l'entreprise partenaire. Les scies sont produites selon une procédure développée sur l'expérience du partenaire industriel et sont analysées en termes de résistance au cisaillement. Une moyenne de résistance est faite sur quelques dents pour valider les paramètres de fabrication utilisés. On vient comparer la moyenne avec la valeur maximale théorique de la résistance au cisaillement pour ce type de scie calculée avec la formule suivante :

$$F = (L1 * s + L2 * s) * \sigma$$
 (3.1)

Avec L1 qui est la longueur de la grande surface de pose du carbure, L2 qui est la longueur de la petite surface de pose du carbure, s est l'épaisseur de la lame et σ la contrainte (DK-Spec, 2023). Cette formule permet de calculer la valeur maximale théorique de la force du joint. Elle dépend donc des modèles de scies qui sont utilisées. Dans le cadre de l'étude, les données techniques du produit étudié permettent de calculer une valeur maximal théorique de 7,1 kN qui servira de base comme critère de qualité pour la sélection des scies. Un pourcentage de la valeur maximale théorique, généralement 70%, est recherché lors des tests de résistance au cisaillement.

Si cela est satisfaisant, alors on conserve les paramètres de fabrication utilisés. Cependant les informations collectées par l'industriel se limitent à la valeur de résistance au cisaillement maximale et celle mesurée, ainsi que les clients à qui sont envoyés les produits avec ces valeurs. De ce fait, il y a un manque de suivi des paramètres détaillés de fabrication et de corrélation entre les paramètres utilisés ainsi que la qualité des scies produites, si elles ont perdu des dents ou non.

Nous faisons donc face à deux défis dans cette étude : la formulation d'hypothèses et la collecte d'informations. Le travail effectué dans la revue de littérature nous permet d'énoncer des hypothèses afin d'expliquer la grande problématique de cette étude. Une fois les hypothèses énoncées et la fixation du cadre d'étude en accord avec l'industriel, la première partie des analyses pourra être réalisée.

3.2 Hypothèses

Le travail réalisé précédemment et notamment durant la revue de littérature a permis de mettre en lumière certaines explications autour de nos problématiques. Émettre des hypothèses est une chose importante car cela va permettre de décider de la direction à suivre

De ce fait, et avec les connaissances accumulées, deux hypothèses ont pu être énoncées pour expliquer les problématiques de notre étude :

1. La formation de composés intermétalliques à l'interface entre le matériel d'apport et les matériaux de base peut entrainer une fragilité ponctuelle et être à l'origine de fractures (Shi, Zhang, Pan, *et al.*, 2018 ; Liu *et al.*, 2011).

2. Le brasage réalisé étant entre des matériaux très dissimilaires, des contraintes résiduelles peuvent être générées par le procédé et être l'origine de fissure dans la brasure (Zhong *et al.*, 2010 ; Qin et Feng, 2009).

Dans un premier temps, la formation des composés intermétalliques a été étudiée et sur la base des résultats obtenus l'étude s'est concentrée sur la mesure des contraintes résiduelles pour certaines conditions.

3.3 Cycle de brasage

Le cycle prend la forme suivante :



Figure 3.1 Cycle thermique employé pour procédé de brasage

Une première montée en température est effectuée afin d'atteindre la température de brasage, puis on laisse refroidir pendant un temps donné avant de réchauffer jusqu'à la température de recuit. Le recuit est réalisé dans le but de réduire les contraintes résiduelles dans la partie acier de la scie proche de l'épaulement de la dent.

Le chauffage de la machine est réalisé à l'aide d'un anneau qui vient chauffer par induction la dent brasée. La chauffe se focalise sur la dent en attaquant thermiquement le métal d'apport pour le faire fondre mais vient aussi chauffer les matériaux de base. Se crée donc une zone affectée thermiquement. Elle englobe notamment une zone qui est l'épaulement de la dent.



Figure 3.2 Anneau utilisé sur la machine de brasage Gerling Automation GLL à DK-Spec

Le fait que le chauffage soit fait par induction implique qu'il y ait des fréquences d'utilisation lors du procédé. Les fréquences ont une incidence sur le type de chauffe. En effet, une haute fréquence durant la chauffe par induction permet d'obtenir une chauffe rapide mais ne pénétrant que peu de dents brasées. Dans l'autre sens, une fréquence basse pénètrera mieux la peau mais la chauffe sera plus longue. La compréhension de ce cycle et de la machine nous permet de mettre en lumière les paramètres facilement modifiables et qui, en lien avec la littérature, vont nous permettre de collecter des informations et tenter d'observer des corrélations entre les paramètres de fabrication les plus influents et les caractéristiques physiques et/ou mécaniques des produits fabriqués.

3.4 Méthode expérimentale

Les expériences sont réalisées avec le système présenté dans la partie 3.2. Les échantillons ont été produits en suivant les paramètres de fabrications choisis pour obtenir un maximum d'informations. Les échantillons ont ensuite été découpés en enrobés. La poudre utilisée pour enrobage est une poudre conductrice afin d'éviter les soucis de captation des électrons aux SEM. Ils ont par la suite été préparés avec du polissage de 80 à 1200 et enfin avec de la poudre de diamant à 1 micromètre. Les échantillons ont été testés à leur résistance au cisaillement à l'aide de la machine disponible sur site. Ceux sélectionnés ont été analysés au SEM, Hitachi TM3000 et Hitachi S3600-N. Les paramètres ainsi mesurés dans cette étude sont : résistance au cisaillement, analyse chimique, densité de composés intermétalliques.

3.5 Résultats et discussions

3.5.1 Screening

Comme abordé dans la partie précédente, cette première vague de tests avait pour but principal de récolter des donnés pour poser les bases du projet de recherche. Les paramètres choisis pour fabriquer les échantillons s'appuient sur l'analyse de la littérature et aussi sur la faisabilité industrielle. Après réflexion/concertation, il a donc été choisi de travailler sur les facteurs suivants : température de brasage, température de recuit et température de premier refroidissement.

Ce sont des facteurs plus ou moins accessibles avec le procédé de fabrication mais qui permettent d'en apprendre plus sur le procédé. En effet, on cherche avec cette première analyse à réaliser une classification et filtrage des échantillons. Nous avons pu définir les bases de notre domaine d'étude en analysant/testant les différents paramètres de fabrication modifiables mais aussi d'autres paramètres que nous souhaitions mesurer durant cette étude. On peut ainsi organiser cette étude de la manière suivante :



Figure 3.3 Diagramme représentatif du plan d'expérience

Le choix des intervalles de variation des paramètres de fabrication modifiable s'appuie sur la documentation disponible, notamment par rapport au métal d'apport, mais aussi sur l'expérience du partenaire industriel. En effet, comme expliqué en partie 3.1., certains choix de fabrication et choix de paramètres sont dictés par l'expérience et il est indispensable d'allier cela à la quête de données. Les intervalles suivants seront ceux de travail :

Série d'expériences																			
Ranze de refroidissement				1					a chpe		50°C sous	T*reguit court							
Température d'recult court	San	Sans recuit court			300°C		400°C			450°C		500°C		550°C		600°C			
Température	680°C	700°C	720°C	680°C	700°C	720°C	680°C	700°C	720°C	80°C 700°	C 720°C	680°C	700°C	720°C	680°C 7	700°C 720)°C 680°	: 700°C	720°C
	Série d'expériences																		
Range de refroidissement		100°C sous T'recuit court																	
Température d'recuit court		3	00*C		400°C				450°C		500°C		550°C		600*C				
Température	680	°C 7	'00°C	720°C	680°C	700°C	720°C	680°C	700°C	720°C	680°C	700°C	720°C	680°C	700°C	720°C	680°C	700°C	720°C
								Serie	d'expe	riences									
Range de refroidissement				Échan	tillon sans de	nt avec 50°	C sous T*recu	it court			Échantillon sans dent avec 100°C sous T°recuit court								
Température d'recuit court		500°C				600°C			Sans recuit court		500°C		600°C		Sans recuit court		urt		
Température	680*	°C 7	'00*C	720*C	680*C	700*C	720*C	680°C	700*C	720*C	680°C	700°C	720°C	680°C	700°C	720*C	680*C	700*C	720*C

Tableau 3.1Différentes échantillons fabriqués avec les paramètres de fabrication

Un des paramètres les plus délicats est celui du choix de la température de 1^{er} refroidissement ; ce n'est pas un paramètre aisément accessible sur la machine. Cependant, il est dicté par l'expérience du partenaire industriel : il faut obtenir une température de 1^{er} refroidissement de 50 à 100 degrés sous la température de recuit Il a été fait le choix de travailler avec ce paramètre, également la contrainte de contrôle, pour acquérir les informations que à exploiter par la suite.

L'ensemble des échantillons ont été testés au cisaillement mais il n'en est pas de même pour les composés intermétalliques. En effet, le nombre d'échantillons étant supérieur à 100, il n'est pas envisageable de réaliser une étude approfondie sur les caractéristiques des intermétalliques. Ainsi il a fallu faire une sélection dans les échantillons : ceux qui avaient une meilleure résistance au cisaillement.

3.5.2 Tests de résistance au cisaillement

Les tests de résistance au cisaillement, permettent d'avoir une vue d'ensemble sur le comportement du joint brasé. Les résultats sont consignés dans le tableau suivant qui résume les valeurs moyenne de résistance au cisaillement pour différentes conditions d'essai.

		1				
Moyenne globale	3,0					
Moyenne Recuit 300°c	2,7					
Moyenne Recuit 400°C	2,7					
Moyenne Recuit 450°C	3,0					
Moyenne Recuit 500°C	3,0	Moyenn	3,2			
Moyenne Recuit 550°C	3,0	Moyenne brasage 700°C				
Moyenne Recuit 600°C	3,0	Moyenne brasage 720°C				
Nombre de	valeurs supe	érieures				
àl	a moyenne		680°C	15		
			700°C	8		
			720°C	7		

Tableau 3.2Tableaux récapitulatifs des résultats aux tests de
résistance au cisaillement en kN

D'après les tests réalisés, les meilleurs résultats s'obtiennent avec un brasage réalisé à 680 degrés celsius. De même, pour la température de recuit, il semble être pertinent de réaliser le brasage avec un recuit entre 450 et 550 degrés celsius.

Cependant, il faut opposer à ces résultats les échantillons qui ont été réalisés sans recuit. Ces résultats sont très intéressants car ils présentent des valeurs moyennes supérieures aux échantillons fabriqués avec recuit.

Afin de ne pas étudier tous les échantillons dans le reste des analyses, il a été fait le choix de sélectionner seulement certains échantillons qui permettent d'avoir une cartographie de l'impact des paramètres sur les autres paramètres. Pour cela, il a été fait le choix de regarder en priorité les échantillons présentant le plus grand écart dans les mesures de résistance au cisaillement. Ainsi ont été sélectionnés les échantillons est de la forme : Température de brasage – Température de recuit – Indice de température de refroidissement avant recuit (Température de refroidissement = température de recuit – indice). Lorsque les deux derniers paramètres de codage sont remplacés par les lettres SA, cela signifie que les échantillons ont été fabriqués sans recuit.

3.5.3 Épaisseur de couche de composés intermétalliques

Lors de cette étape de mesure, il a été étudié les composés intermétalliques afin d'en connaitre les caractéristiques. En effet, comme constaté grâce à la revue de littérature, les composés intermétalliques peuvent avoir un effet néfaste sur les propriétés mécaniques de notre joint. Ainsi, nous nous sommes intéressés à quantifier la proportion de composés intermétalliques en fonction dans la localisation dans les échantillons. Nous avons découpé les échantillons en différentes zones que nous avons analysées puis comparées entre elles. Les échantillons ont été segmentés en 3 grandes parties qui se définissent en fonction de la localisation sur le joint. Nous avons alors les parties gauche, milieu et droite. Nous avons regardé dans ces zones les interfaces entre le joint et le carbure, le joint et l'acier et enfin dans le joint.



Figure 3.4 Localisation des lignes de vues pour analyses de microstructure

Ces données sont intéressantes car elles peuvent permettre de savoir dans quelles mesures les paramètres de fabrication influencent la croissance des composés intermétalliques mais aussi où la croissance s'est concentrée. Afin de quantifier la densité surfacique des IMCs, le logiciel ImageJ a été utilisé. À l'aide de l'édition des images, il a été possible de révéler les IMCs et de quantifier ainsi leur densité.
Les résultats sont inscrits dans le tableau suivant :

Position	Moyenne 100	680-450-	Moyenne 700SA	
Droite		22%		27%
Gauche		26%		33%
Milieu		28%		25%
Global		22%		31%
Bottom		9%		15%

Tableau 3.3Tableau récapitulatif desrésultats d'analyse de présence d'IMCsdans les zones d'intérêts

Il est intéressant de noter les différences entre ces deux échantillons : les écarts les plus significatifs sont présents dans la partie basse, qui représente l'interface entre le joint et l'acier. En effet, on trouve une augmentation de la densité surfacique d'IMCs de 22/31 dans le joint et de 9/15 au niveau de l'interface entre le joint et l'acier. On peut spéculer que les paramètres de fabrication influencent la croissance des IMCs et la localisation (Gambaro *et al.*, 2016) (Wang, Li et Wang, 2018).

3.5.4 Compositions des IMCs

L'utilisation du MEB permet, grâce au module EDS, de déterminer les compositions chimiques. Ainsi, il est intéressant d'observer, en fonction des régions, quelles sont les compositions chimiques de nos vues, notamment au niveau des interfaces entre le métal d'apport et le carbure ou bien le métal de base. Ce module permet ainsi de connaitre les compositions principales des composés intermétalliques ainsi que de les détecter plus facilement dans nos échantillons. Ceci va faciliter notre étude, notamment pour déterminer l'épaisseur des couches.

En effet, du fait du procédé, les composés intermétalliques vont venir se transformer au niveau des interfaces mais aussi dans le joint, il est donc intéressant de se pencher sur ces aspects et c'est ce que nous allons faire dans cette partie.

Ainsi l'étude des vues réalisées avec le module EDS permet de voir deux grandes familles de liaisons qui se manifestent du fait du procédé de fabrication. En effet, il est possible d'observer des formations majoritairement composées de Mn, Co et Ni à l'interface entre le joint et le carbure comme le montre la figure suivante :



Figure 3.5 Analyse EDS de la frontière entre joint et carbure

Cependant, du fait d'une composition différente à l'autre frontière, il est intéressant de regarder grâce au module EDS la composition sur cette autre interface. Ainsi, la composition change et ce sont maintenant des formations à base de Ni, Mn et Fe qui créent l'interface. Il y a donc un changement entre le Fe et le Co entre les deux interfaces. La figure suivante montre les résultats EDS pour l'interface Acier/Joint :



Figure 3.6 Analyse EDS de la frontière entre joint et acier

Cette étude en termes de composition permet de mieux appréhender les composés intermétalliques rencontrés et une meilleure identification pour la suite de l'étude.

CHAPITRE 4

PLANS D'EXPÉRIENCE

4.1 Introduction

La partie précédente a permis d'avoir une bonne vision des interactions entre nos paramètres d'entrée et nos réponses. Ces données ont permis de réaliser le bac à sable dans lequel le travail peut désormais être fait

Le travail réalisé précédemment a nécessité la fabrication de nombreux échantillons, ce qui représente de grands coûts à la fois matériels mais aussi temporels. Ainsi il est intéressant de se pencher sur une méthode permettant de collecter un maximum de données en un minimum de tests. C'est pour cela que va être employée la méthode du plan d'expérience, envisageable grâce aux données obtenues au préalable permettant de restreindre les intervalles d'étude.

De plus, il est pertinent de retravailler les paramètres d'entrée de l'étude car la difficulté de contrôle de la température de recuit dans un contexte industriel est un réel frein pour l'étude. C'est pour cela que le changement suivant est fait : la température de premier refroidissement au bénéfice du temps de premier refroidissement.

Maintenant que les paramètres d'entrées sont fixés, il faut s'intéresser à ce que l'on va vouloir observer. Nos problématiques nous imposent certains paramètres en sortie. Donc on va conserver de notre première partie d'étude la résistance au cisaillement ainsi que le contrôle de l'épaisseur de la couche de composés intermétalliques. Il est utile de se pencher sur d'autres paramètres comme la dureté de nos échantillons produits et aussi, comme le développe la seconde hypothèse répondant à notre problématique principale, les contraintes résiduelles.



Ainsi le diagramme suivant résume notre étude dans le cas d'un procédé avec recuit :

Figure 4.1 Plan d'expérience du cycle thermique avec recuit

Dans le cas de l'étude sans recuit, un nouveau diagramme s'impose car l'on vient changer les entrées de notre système en se limitant aux paramètres n'impliquant pas de recuit. De ce fait, l'étude se limite en entrée à la température de brasage et cela se représente ainsi :



Figure 4.2 Plan d'expérience pour cycle thermique sans recuit

La nouvelle étude s'appuie sur une méthode scientifique permettant la collecte d'informations à partir d'un minimum de tests, le plan d'expérience. Il est important de définir quelle méthode va être utilisée et avec quels paramètres. C'est ce qui sera abordé dans la partie suivante.

4.2 Méthode expérimentale

De la même manière que pour la première série d'expériences, nous allons travailler encore une fois avec le système présenté en partie 3.4. Les échantillons vont être fabriqués sur la machine du partenaire industriel Gerling Automation GLL afin de coller au mieux aux conditions réelles de fabrication du partenaire. Les paramètres de fabrications sont choisis grâce à un plan d'expérience. Cette méthode va nous permettre d'obtenir un maximum de résultats en un minimum de tests.

La méthode utilisée est une surface de réponse centrée composite avec 3 facteurs. La création du plan d'expérience a été fait sur Minitab. Le choix de cette méthode s'explique par le fait qu'une surface de réponse permet dans notre cas de faire varier nos entrées dans un intervalle défini à l'avance, notamment grâce à la première série d'expérience. De plus, en comparaison avec Taguchi ou d'autres méthodes, la surface de réponse est plus précise lorsque l'on vient à l'optimisation des résultats (Milkey *et al.*, 2014).

Comme dit plus haut, nous allons travailler avec 3 facteurs qui ont été définis dans la partie précédente. La répartition des essais se fait comme suit :

OrdEssai	Température de brasage	· Température de recuit (°C)	Temps de 1er refroidissement (s)
A1	. 680	450	1,5
A2	720	450	1,5
A3	720	600	1,5
A4	700	525	1,2
A5	680	600	1,5
A6	680	450	2,5
A7	666	525	2
A8	5 734	525	2
A9	700	525	2
A10	680	600	2,5
A11	. 700	525	2,8
A12	720	450	2,5
A13	700	651	2
A14	700	525	2
A15	720	600	2,5
A16	5 700	525	2
A17	700	525	2
A18	5 700	525	2
A19	700	525	2
A20	700	399	2
1			

Tableau 4.1Tests à réaliser pour DoE avec recuit

Du fait des sorties que nous voulons observer et pour ne pas affecter les différentes analyses, le choix est fait de produire 3 fois le bloc proposé ci-dessus. Chaque analyse servira pour un facteur étudié : résistance au cisaillement, dureté, épaisseur des composés intermétalliques. Les échantillons seront analysés et nécessiteront pour certains une préparation qui consiste en mise en échantillon avec poudre conductrice, puis polissage des échantillons avec papiers de 80 à 1200, et finition à la poudre de diamant. Les échantillons seront analysés au microscope laser et MEB, la machine de dureté et la machine de tests de résistance au cisaillement présentées en partie 3.3.

Afin de ne pas affecter thermiquement les échantillons produits, il a été fait le choix de procédé à une découpe à l'aide d'une découpe jet d'eau. La machine utilisée est la WAZER machine water jet cutting.



Figure 4.3 WAZER machine utilisée pour la découpe

Les plans d'expérience permettant d'obtenir des résultats utilisables pour une optimisation en un minimum de tests, cela présente des avantages économiques, écologiques et temporels. Les plans d'expérience permettent de faire fluctuer des paramètres qui composent un système fixe. Ainsi, changer la composition, nature d'un système, implique un changement de plan d'expérience. Dans le cas d'étude, le recuit qui est réalisé va changer la nature du système : ainsi le fait de faire ou non le recuit est un paramètre que l'on ne peut pas changer dans un unique plan d'expérience. Il est donc nécessaire de faire 2 plans d'expérience distincts si l'on souhaite comparer des échantillons avec et sans brasage.

Le second plan d'expérience est alors créé et défini ainsi :

	Température de brasage
Essai	(°C)
S1	680
S2	686
S3	705
S4	720
S5	710
S6	715
S7	680
S8	700
S9	720
S10	700
S11	693
S12	720
S13	680

Tableau 4.2Tests à réaliser pour DoE sans recuit

Ce second plan d'expérience ne peut suivre la même méthode que le premier car on ne fait varier qu'un seul paramètre. La méthode choisit est D-Opitmal avec 1 facteur. C'est la méthode qui nous permettra, une fois les résultats d'analyse obtenus, d'optimiser notre système. Les paramètres choisis sont alors les suivants :

Tableau 4.3	Paramètres utilisés pour DoE
	D-Optimal

Points de modèle requis	3
Points de modèle	
additionnels	2
Manque d'ajustement	5
Réplication	1
Points centraux additionnels	3

4.3 Résultats et discussions

4.3.1 Tests de résistance au cisaillement dent

Les tests de résistance au cisaillement ont été réalisés directement au sein de l'entreprise, sur la machine elle-même.

Le premier DOE a permis d'obtenir les résultats suivants :

Ordre	Température	Température	Temps de 1 ^{er}	Résistance au
Essai	de Brasage	de recuit	refroidissement	cisaillement Dents
	(°C)	(°C)	(s)	(kN)
1	720	450	1,5	3,5
2	734	525	2	3,9
3	680	600	2,5	3,9
4	720	600	2,5	4,0
5	680	450	1,5	3,1
6	700	525	2	3,1
7	700	525	2	3,5
8	700	525	2,8	3,7
9	700	525	1,2	4,2
10	700	525	2	3,5
11	680	450	2,5	3,5
12	700	525	2	3,8
13	720	600	1,5	3,8
14	700	525	2	3,8
15	700	525	2	4,3
16	700	651	2	4,0
17	700	399	2	3,9
18	680	600	1,5	4,0
19	666	525	2	3,4
20	720	450	2,5	4,2

Tableau 4.4Résultats de résistance au cisaillement sur joint pour
DoE avec recuit

Pour le second plan d'expérience, les résultats obtenus sont les suivants :

Test	<i>Température de brasage (°C)</i>	Résistance au cisaillement sur la dent (kN)
1	680	4,48
2	686	3,88
3	705	4,04
4	720	4,81
5	710	4,04
6	715	4,33
7	680	4,23
8	700	4,55
9	720	3,94
10	700	4,28
11	693	4,33
12	720	4,59
13	680	4,39

Tableau 4.5Résultats de résistance au cisaillement sur joint pour DoE sans recuit

Les différents plans d'expériences ont permis de collecter, comme présenté ci-dessus, des résultats qui vont permettre de trouver des modèles de réponses pour nos paramètres. Les résultats sont importants car ils démontrent que l'on obtient de meilleurs résultats sans recuit qu'avec un recuit. Or, le recuit qui est réalisé a pour but de relaxer les contraintes induites par le procédé dans les dents brasés et plus spécifiquement au niveau de l'épaulement de la dent. En effet, il est requis que l'épaulement de la dent plie en cas de problème sur site et non pas casse. Donc on cherche à relaxer les contraintes pour éviter que les contraintes résiduelles induisent de la casse.

4.3.2 Tests de résistance au cisaillement épaulement de la dent

Comme indiqué en introduction, lors de l'utilisation des scies, les dents peuvent tomber et les épaulements des dents, quant à eux, peuvent se plier ou casser. De ce fait, il est important de réaliser un travail d'analyse autour de l'épaulement de la dent pour avoir une meilleure compréhension de ce point d'intérêt.

L'analyse a été menée pour les deux plans d'expériences définis plus haut. Deux informations ont été tirées de ces tests : tout d'abord la résistance maximale de l'épaulement de la dent au cisaillement, puis le fait que l'épaulement de la dent ait cassé ou non. En effet, certains échantillons se sont seulement pliés en tests et ne sont donc pas allés jusqu'à la fracture. Le partenaire industriel cherche à ce que les épaulements des dents plient plutôt qu'ils cassent. Pour leurs clients, si un épaulement de dent plie, il peut être redressé et donc repartir en production, ce qui n'est pas le cas pour un épaulement de dent cassé. Ainsi il est important d'évaluer les épaulements des dents. Les résultats sont visibles dans les tableaux suivants :

Test	Température Brasage (°C)	<i>Température de recuit (°C)</i>	Temps 1er refroidissement (s)	Résistance au cisaillement sur l'épaulement de dent (kN)	Etat
1	720	450	1,5	5,4	Casse
2	734	525	2	4,6	Casse
3	680	600	2,5	4,3	Pas de
					cassure
4	720	600	2,5	3,9	Casse
5	680	450	1,5	4,1	Casse
6	700	525	2	3,0	Casse
7	700	525	2	4,2	Casse
8	700	525	2,8	3,3	Casse
9	700	525	1,2	4,2	Casse
10	700	525	2	3,5	Casse
11	680	450	2,5	4,3	Casse
12	700	525	2	3,7	Casse
13	720	600	1,5	4,0	Casse
14	700	525	2	3,2	Casse
15	700	525	2	4,3	Casse
16	700	651	2	2,4	Casse
17	700	399	2	2,9	Pas de
					cassure
18	680	600	1,5	3,1	Casse
19	666	525	2	3,3	Casse
20	720	450	2,5	3,2	Pas de
					cassure

Tableau 4.6Résultats de résistance au cisaillement sur épaulement de la dent pour DoE
avec recuit

Les résultats permettent d'avoir une idée de la résistance des épaulements de dents. Cependant, il est intéressant de noter que pour des mêmes couples de paramètres, l'issue ne sera pas la même que ce soit dans la résistance ou dans la casse. Cela soulève la question de la fiabilité du test réalisé, de l'adaptabilité de la machine pour ce genre de tests mais aussi la possibilité de facteurs non contrôlés dans les plans d'expérience et ayant un plus grand impact sur les sorties, ou encore la fiabilité du contrôle des entrées des plans d'expérience. Pour revenir sur l'adaptabilité de la machine, cette dernière n'est de prime abord pas faite pour tester des épaulements de dents. Ceci étant, c'est un test réalisé par l'industriel et permettant d'obtenir des informations utiles pour l'étude. Dans un souci d'être en adéquation avec les moyens de contrôle facilement utilisables pour l'entreprise, il est intéressant de conserver les résultats pour les épaulements de dents et de les analyser.

4.3.3 Épaisseur de composé intermétalliques

Après avoir réalisé des tests de résistance au cisaillement à l'entreprise, il a été question de mesurer l'épaisseur de la couche de composés intermétalliques. Le MEB TM3000 a permis d'obtenir les vues qui ont été traitées avec Fiji pour calculer l'épaisseur de la couche. Les vues au microscope permettent d'observer l'interface entre les différentes parties de notre système. L'étude s'est focalisée sur l'interface entre le joint et le carbure car il s'agit de celle présentant les liaisons les plus propres. Et de plus, les vues réalisées durant l'étude préliminaire ont permis de voir que lors de la casse des échantillons, la fissure se propageait depuis l'interface entre le joint et le carbure, d'où l'intérêt de se concentrer sur cette interface.

On observe sur les vues une couche continue de composés intermétalliques tout le long de l'interface. L'étude va donc se focaliser sur la détermination de l'épaisseur de cette couche. De plus il est intéressant de connaitre la composition de cette dernière. C'est pour cela qu'il a été fait le choix de travailler sur le TM3000 afin de pouvoir allier les vues avec une analyse EDS pour avoir une carte des éléments atomiques et pouvoir déterminer la composition chimique des composés intermétalliques. Nous avons alors l'analyse suivante :



Figure 4.4 Passage de vues au microscope vers mise en lumière de l'épaisseur grâce au module Fiji

Une fois les vues réalisées et la couche de composés intermétalliques mises en lumière, il a fallu calculer son épaisseur. Pour cette mesure, les analyses de vues microscopiques sont faites à l'aide d'un logiciel. C'est ainsi, qu'a été fait le choix de se tourner vers le logiciel ImageJ et les modules Fiji disponibles. Cette distribution du logiciel permet de réaliser une analyse d'épaisseur de couche à partir d'images traitées.

4.3.4 Effet du traitement de recuit

Avec les premiers résultats de résistance au cisaillement, la question de la validité/des bénéfices du recuit court a été posée. En effet, comme vu dans la partie précédente, les résultats entre les deux plans d'expérience présentent peu de différence. De ce fait, nous ne savons pas si le recuit qui est réalisé présente un impact sur les échantillons. Il a alors été fait le choix de procéder à des tests de dureté.

Ainsi, deux études ont été réalisées :

- Une première, préliminaire, directement sur site sur la machine utilisée par le partenaire industriel, Newage
- Et la seconde avec les installations disponibles à l'ETS sur la Struers Duramin-40 M
- Les résultats de la première série de tests est présentée ci-dessous :



Figure 4.5 Machine de dureté utilisée par le partenaire industriel

Test	Dureté moyenne HRC (Rockwell 100kg)
1	43,5
2	41,85
3	42,5
4	42,6
5	42,5
6	41,5
7	42,15
8	41,35
9	39,2
10	32
11	40,75
12	43,3
13	42,7
14	42,35
15	42,85
16	42,5
17	41,35
18	42,3
19	38,8
20	43,45

Tableau 4.7Tests de dureté préliminaires pour DoE 1 avec recuit

Test	Dureté moyenne HRC (Rockwell 100kg)
1	42,15
2	41,9
3	40,7
4	37,8
5	41,45
6	43,4
7	42,95
8	43,4
9	62,55
10	42,45
11	41,5
12	43,2
13	44,4

Tableau 4.8Tests de dureté préliminaires pour DoE 2 sans recuit

Les résultats obtenus à DK-Spec ne présentent pas une grande différence entre les échantillons sans recuit et ceux avec recuit. C'est une étude préliminaire qui manque de validité car elle n'a pas été réalisée dans les conditions optimales et notamment sans certitude de respect des normes. On observe un écart maximum entre les deux types d'échantillons. Cette première analyse pousse à explorer cette piste et c'est pour cela que l'étude a été poursuivie à l'ETS dans des conditions optimales reproduites. Cette nouvelle étude permet de réaliser des profils de dureté plus précis et en s'assurant des respects des normes en vigueur : ASTM 370-22.

L'étude autour de la dureté n'a pas été poursuivie sur l'ensemble des échantillons car cela n'était pas une étude concluante du fait des premiers résultats obtenus au sein de l'entreprise. Cependant, avec les résultats obtenus à partir des autres analyses, l'étude de dureté n'en est que reportée afin d'effectuer un travail de différenciation entre les solutions obtenues avec et sans recuit. C'est ce qui va être abordé dans la grande partie suivante, pour différencier les solutions obtenues avec et sans recuit.

4.3.5 **Optimisation**

L'intérêt d'utiliser des plans d'expériences, est de pouvoir réaliser des calculs permettant de créer des modèles, relations mathématiques entre les paramètres d'entrée des plans d'expériences et ceux de sortie. Ainsi, maintenant que l'ensemble des résultats de sorties ont été collectés, il est intéressant de travailler sur la création des modèles, leur validité et leur impact sur les réponses de couple optimisé.

Le travail sur logiciel va permettre de déterminer des relations mathématiques entre les paramètres d'entrée, donc ceux de fabrication, et les sorties qui permettent d'analyser les propriétés mécaniques de nos produits. Étant donné que le travail a été réalisé avec 3 sorties par plan d'expérience, il y aura donc trois modèles qui doivent être débattus. Chaque modèle aura plus ou moins de fiabilité et il faut donc garder un œil critique quant à ces résultats.

Le tableau suivant présente les résultats du plan d'expérience réalisé sur le procédé avec recuit :

Predictor	Shear resis	Shear resistance Teeth		Shear resistance shoulder		IMCs Thickness	
	Coeff	P-Value	Coeff	P-Value	Coeff	P-Value	
Constante	8	0,956	225	0,249	726	0,629	
Température Brasage	-0,018	0,962	-0,707	0,192	-1,89	0,647	
Température Anneal	0,0255	0,722	0,0007	0,994	-0,566	0,464	
Temps 1er refroidissement	-2,4	0,82	23,6	0,119	60	0,598	
Température Brasage*Température Brasage	0,000029	0,916	0,000568	0,142	0,00148	0,611	
Température Anneal*Température Anneal	-0,000007	0,727	-0,000038	0,16	-0,000272	0,206	
Temps 1er refroidissement*Temps 1er refroidissement	0,23	0,6	0,591	0,325	5,2	0,277	
Température Brasage*Température Anneal	-0,000042	0,67	0,000023	0,859	0,00075	0,475	
Température Brasage*Temps 1er refroidissement	-0,0018	0,905	-0, 0455	0,039	-0,238	0,148	
Température Anneal*Temps 1er refroidissement	0,00487	0,228	0,01047	0,067	0,1633	0,002	
Model		0,893		0, 1		0,056	
Fit Statistics							
Lack of fit							
R2		27%		68%		72%	
I nadequate aj ustment		0,765		0,423		0,281	

Tableau 4.9Modélisation pour DoE 1 avec recuit

Pour ces modèles, il est intéressant de regarder les paramètres attestant de la fiabilité de ces modèles. Comme le présente le tableau précédent, au-delà des facteurs des modèles, les données à analyser sont la valeur de p, les valeurs de R2 et la déviation standard.

En effet, on cherche à avoir une valeur de p inférieure à 0.05 afin de s'assurer que les modèles sont significatifs. Les modèles ci-dessus ne présentent pas ce requis. Ceci signifie donc que le modèle créé n'est pas significatif et donc que l'on ne peut pas se fier aux résultats. Cela est accentué par le fait que les valeurs de R2 et R2 ajustées sont très faibles et présentent un grand écart (supérieur à 20%). Ainsi ce dernier modèle n'est pas jugé totalement utile pour notre projet.

De la même manière, le travail de modélisation a aussi été réalisé sur le plan d'expérience sans recuit. Le travail est réalisé sur trois paramètres de sortie, alors l'utilisation de logiciel de création de plan d'expérience permet une nouvelle fois d'avoir des modèles pour chacune des sorties de ce plan. Les résultats sont consignés dans le tableau suivant :

Predictor	Shear resistance Teeth		Shear resistance shoulder		IMCs Thickness	
	Coeff	P-Value	Coeff	P-Value	Coeff	P-Value
Intercept	-3,45E+03		1,40E+05		50362	
Brazing temperature (Tb)	1,50E+01	0,9512	-601	0,169	-215,56	0,0089
Tb2	-0,02194	0,4325	0,861	0,3245	0,307	0,1703
Tb3	0,000011	0,8579	-0,000411	0,0375	-0,000146	0,0072
Tb4						
Tb5						
Model		0,821		0,0427		0,0342
Fit Statistics						
Lack of fit	Non significant	0,538	Significant	0,0094	Not signification	0,0308
R2		10%		43%		60,04%
Adequate precision		1,32		6,08		5,82

Tableau 4.10Modélisation pour DoE 2 sans recuit

Il est de nouveau intéressant de regarder certains facteurs des modèles, afin d'en analyser la fiabilité et la qualité des modèles obtenus. Ainsi, nous avons 3 nouveaux modèles à analyser et il est encore une fois utile de regarder en particulier les valeurs de p, R2.

Les différents modèles réalisés sont nécessaires afin de passer à l'étape suivante de ce projet, obtenir un couple de paramètres optimisés pour le procédé de fabrication.

En effet, en utilisant les modèles issus de notre plan d'expérience, nous pouvons prédire les résultats de sortie de notre système et aussi optimiser les résultats de sortie. C'est à ce moment qu'il est important de définir la désirabilité des réponses. Ce facteur est rattaché à chacune des sorties du plan d'expérience et permet, en fonction de la valeur donnée (0 à 1) et de l'objectif alloué à la réponse (cible, maximiser, minimiser), d'obtenir un couple de paramètres d'entrée permettant l'optimisation souhaitée.

Malgré tout, cette décision finale est à mettre en exergue du fait des résultats obtenus dans la modélisation de la réponse de résistance au cisaillement dans le plan d'expérience 1, avec recuit. En effet, la valeur de p est très haute, au-delà de la valeur critique assurant un modèle significatif. De plus, la valeur de R2 est aussi très faible, ce qui n'assure pas la fiabilité totale de l'optimisation et donc des couples optimisés proposés.

Ainsi, l'optimisation réalisée avec le logiciel Minitab permet d'obtenir le couple suivant pour le plan d'expérience 1, avec recuit :





Deux optimisations ont été réalisées avec le logiciel Minitab. La première a été faite en optimisant seulement la résistance au cisaillement au niveau de la dent. Nous obtenons le couple de paramètres suivant pour une telle optimisation : (720 ; 398.87 ; 1.16). C'est un couple qui pourra être essayé en conditions industrielles pour observer la répétabilité de ce couple sur le procédé.

L'autre optimisation réalisée a pour but, encore une fois, de maximiser la résistance au cisaillement tout en recherchant une valeur spécifique pour la cassure. En effet, après discussion avec le partenaire industriel, le résultat voulu pour les épaulements de dent est que ceux-ci plient et ne cassent pas. De ce fait, la valeur cherchée pour l'optimisation est 0, d'où l'utilisation de l'option cible dans l'optimisation du plan d'expérience.

On observe qu'entre les deux solutions proposées par le logiciel, les valeurs pour la température de recuit et le temps de 1^{er} refroidissement ne changent pas. En revanche, c'est la valeur de température de brasage qui change. Cela n'induit qu'une variation de moins d'un pourcent dans la valeur finale de la résistance au cisaillement.

Ainsi ce couple pourra aussi être testé en condition industrielle pour en évaluer la répétabilité. Ce couple de réponse est à débattre avec le couple de réponse obtenu par le travail sur le plan d'expérience 2, sans recuit.



Figure 4.7 Optimisation pour DoE 2 sans recuit

Malgré tout, du fait des résultats obtenus en termes de données statistiques, il est difficile de confirmer la validité des modélisations. Ces modèles ouvrent bien évidemment des axes d'optimisation mais montrent malgré tout des limites. Les P-Values, et R2 ajustés étant hors des intervalles de validité, cela peut signifier que les prises de mesures reflètent en grosse partie de la capture de bruit. Ce bruit peut venir de deux origines principales :

- L'entrée du système, c'est-à-dire les entrées des plans d'expérience : cela signifierait donc des écarts entre les entrées logicielles dans la machine de brasage et les paramètres mesurés
- Et les sorties du système, donc les méthodes de mesures des sorties.

C'est pour cela qu'il faut définir les intervalles d'incertitude des entrées et sorties, notamment les incertitudes de mesures des machines utilisées. À cela, il faut rajouter la répétabilité du procédé. Elle devait être vérifiée à travers les plans d'expérience. Cependant, du fait de la capture de bruit, l'intérêt initial a pu être biaisé et cela peut aller à l'encontre de l'étude et créer un sur-apprentissage pour les modèles, qui accentue les problèmes de P-value et R2 ajustés.

CHAPITRE 5

IMPACT OF SHORT TIME ANNEAL ON AISI 8670 TOOL STEEL SAW DURING INDUSTRIAL BRAZING PROCESS

Ludovic Jego^a, Majid Heidari^b, Muftah Zorgani^a, Tom Levasseur^b, Mohammad Jahazi^a

a École de Technologie Supérieure, 1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada H3C 1K3

b DK-Spec, 1060, Chemin Olivier, Lévis, Québec, Canada, G7A 2M8

Paper submitted for publication in Next Materials, November 2023

5.1 Abstract

This study is focused on determining the impact of short-time annealing during industrial brazing process. Short-time annealing is commonly used to alleviate residual stresses resulting from the brazing process and represent in this study 30% of the process time. Samples were selected using two designs of experiments with three main parameters which are temperature of brazing, temperature of short-time annealing and time of first cooling for the first, and temperature of brazing for the second. Shear resistance tests allowed to refine the selection of samples for further investigation. EDS views, hardness measurements and residual stress measurements were conducted. From the obtained results, although slight differences were observed in the microstructure, hardness, and residual stresses of the samples, no clear pattern of impacts could be attributed to short-time annealing. In conclusion, this study did not find substantial evidence of short-time annealing having a significant impact on the microstructure, hardness in the context of industrial brazing for wood cutting tools. Further research could explore other annealing parameters or alternative heat treatment methods to achieve the desired material properties.

5.2 Introduction

The wood industry is one of the most prolific in Canada, which creates a lot of jobs. Wood cutting is one such job category, and involves the use of tools mostly made of tool steel (Canada, 2020). However, tools used in this industry may face hard particles such as rocks, lead which can impact the quality of the wood. To combat that, specific cutting tools, such as those made of tungsten carbide, are used. These tools are characterized by a very high hardness and relatively good toughness and resistance to wear and erosion (Kashyap, Banik et Sahachar Reddy, 2020; Guo *et al.*, 2011; Wu *et al.*, 2012; Xu, 2011; Andrén, 2001). Because of cost constraints, tools cannot simply be made entirely from tungsten. To overcome this, processes such as brazing are used to join tungsten to other materials to maximize the mechanical properties of the tools.(Lee, Kwon et Jung, 2004; Chen *et al.*, 2012).

The brazing process is highly valued in industry because of its simplicity of application and relatively low cost (X. Z. Zhang *et al.*, 2017). It is a joining technique that proceeds by adding a certain material, and that consists of three main steps: i) assembly of the joint zone, whose temperature is then raised to reach the melting temperature of the filler material, but not that of the rest of the assembly; ii) production of good wetting conditions for the filler material between the tungsten carbide and the steel substrate to create a seal between them; iii) cooling of assembly under specific conditions once the seal is in place. In this process, though, the joint may break or become separated and products may sustain damage.

Although the brazing technique is well-known for its simplicity, the brazed joint is, however, heterogeneous in nature, as it involves different phases, with each having different physical and chemical properties. Moreover, the presence of porosity, segregation of elements, and residual stresses during cooling could all contribute to the fragilization of the joint and lead to failures located in the joint but also in other areas of the brazed product (M. Paidar *et al.*, 2021; Uysal, Eryildiz et Altan, 2019). Therefore, in order to achieve optimum joint properties, it is of critical importance to better understand the interactions between process parameters and joint quality in terms of microstructural homogeneity as well as mechanical properties.

The quality of brazed joints depends on various process parameters, with brazing temperature and time being particularly crucial, as reported by many authors (Schwartz, 1993b; Schwartz, 1993a; Liu et al., 2010; Liu et al., 2008; Felba et al., 2001). A better understanding of the influence of these parameters is essential in industry as it could result in significant cost reductions but also a reduction of the failures during production. These failures can be due to residual stress concentration induced by differences between the coefficient of thermal expansion of the brazed materials (Grunder et al., 2016). Furthermore, production parameters have a direct impact on the strength of the joint, as highlighted in (Qin et Feng, 2009). One of the key factors used to assess the quality of a brazed joint is its shear strength. Extensive research efforts, exemplified by references (Wang, Li et Wang, 2018; Torvund et al., 1996; Janusz Kowalewski et Janusz Szczurek, 2017), have been dedicated to studying the impact of brazing process parameters on the shear strength of the joint. It must be noted that both temperature of brazing and holding time of this temperature during brazing process influence the microstructure of the brazed joint (Simões, 2018) (Lukin, Rylnikov et Afanasyev-Khodykin, 2015). Specifically, as reported by Gambaro et al., (Gambaro et al., 2016), brazing temperature and time impact the growth of intermetallic compounds, and could lead to a reduction in the mechanical properties of the joint, including bonding strength, (Cai et al., 2015; Wang, Li et Wang, 2018; Gambaro et al., 2016), or even failures in the joints with appearance of micro-cracks, as shown by Wang et al., (Wang, Li et Wang, 2018).

In industrial brazing, annealing culminates the process. Because of the time of the thermal cycle and the quick anneal realized, this part of the thermal cycle is called short-time annealing. (Zhang *et al.*, 1998; Sedgwick, 1983; Yang *et al.*, 2023). The short-time annealing temperature has a significant impact on the residual stress and hardness (Yang *et al.*, 2023). Manufacturers of industrial brazing machines implement a module to automate short-time annealing during the brazing process. (Gerling Automation, 2023a). Annealing is a step of the thermal cycle that allows to reduce internal stress induced in the previous ones (Vöhringer, 1987). To this extent, the annealing step is proceeded in the area most affected by the heat during the process and presenting issues, i.e., the end of the heat affected zone on the shoulder.

Annealing also has some impacts on other material properties linked to residual stress, such as the microstructure and the hardness (Gu *et al.*, 2013; Li, Li et Liao, 2006). Although it is common practice in industry to proceed with short-time annealing after brazing, only limited information is available on the impact of the annealing process on brazed products for wood cutting tools.

The aim of the present article is to study the impact of the short-time annealing process on brazed cutting tools for the wood industry as a way to reduce failures induced by the process. Accordingly, samples were selected via a Design of Experiments (DoE). The annealing portion of the thermal cycle represents about 30% of the total process time. This study compares two different thermal cycles of the brazing process in a bid to provide an understanding of the impact of a fast anneal on the mechanical properties of the saw and of the brazed jaw during the thermal cycle. A mechanical analysis was performed on selected samples representing different thermal cycles and different shear resistance values to adjudicate over the interest of short-time annealing during brazing.

5.3 Experimental procedure

5.3.1 Materials used

The test specimen for this study consists of three components: a steel substrate, filler material and tungsten carbide. 8670 tool steel, a low alloy steel mostly used in the wood industry for the production of circular saw bodies, was selected (Hamidreza M. Shirazi *et al.*, 2022). Its chemical composition is presented in Table 1. JMATPro software was used to run an analysis over AISI 8670. The software allows a better understanding of the material by modeling its properties and behavior (Saunders *et al.*, 2003). CCT and TTT analyses were thus run, and will be discussed later in this paper. The saw used for this study, made with this steel, are 3.05 mm thick, and 304.80 mm in diameter.

Tungsten carbide used in this work is commercially available from Techmet, and is referenced as TMK22. Its chemical composition is presented in Table 1. Its tips are 3.3 mm large, 12.8 mm long, and 5.94 mm thick.

Filler material is used for bonding. It is furnished with a flux for properly preparing the surface to allow better bonding. It is a Silver-Copper base material and is commercially available as Brazetec 4900A. The material is 3 mm large, 0.3 mm thick, and 12.8 mm long. The flux used during this process, as recommended by the seller, is Brazetec h285 Paste.

All the composition are detailed in Table 5.1:

Table 5.1Chemical composition of different materials of the study (wt. %)

AISI 8670	С	Ni	Mo	Mn	Cr	Si	Р	S
	0.75%	1.00%	0.10%	0.60%	0.50%	0.30%	0.025%	0.025%
ТМК22	WC	Со						
	94.0%	6.0%						
Brazetec 4900A	Ag	Ni	Zn	Mn	Cu			
	49.0%	0.5%	20.5%	2.5%	27.5%			

The production was realized entirely on an automatic brazing machine, the Ferling Automation GLL. The parameters used for the production were selected via a Design of Experiments (DoE) realized in collaboration with the industrial partner, and are specified in the next section.

5.3.2 Selected samples

Samples were produced with different production parameters on the Ferling Automation GLL. This machine allowed an automatic precision brazing programmable process for the dosing of flux, follow of the temperature, positioning of the tips and versatility allowing to work with different geometry of circular saws, tips or filler materials.. (Gerling Automation, 2023a). That is why the selection of the samples for this study was done with this parameter as first criteria of selection to compare different products produced across different thermal cycles. Because of the high number of parameters involved in the process, a DoEs was selected as a route in order to reduce number of samples produced.

Two distinct DoEs were realized, one for each thermal cycle. The parameters considered were the brazing temperature and the annealing temperature and first cooling time(Qin et Feng, 2009; Simões, 2018; Gu *et al.*, 2013; Li, Li et Liao, 2006). Other parameters, such as the brazing time and the annealing time, were set for this work. A surface response center composite with 3 parameters was selected for the thermal cycle with with short-time annealing and D-Optimal plan with one factor was run for the thermal cycle without short-time annealing. D-Optimal in the only DoE method that allows working with just one factor. The surface response center composite was selected over the Box-Behnken design because it provides better prediction results (Zolgharnein, Shahmoradi et Ghasemi, 2013; Ngan *et al.*, 2014). Minitab and Design Expert were used to create the DoEs with factors chosen to minimize the number of tests/specimens, with 33 samples produced in total, as compared to more than 100 without this method. The production thermal cycle can be illustrated as in Figure 5.1:



Figure 5.1 Thermal cycle of industrial brazing process at DK-Spec

Inputs were changed for the DoEs according to ranges of work used during normal production time and according to documentation from the supplier of filler metal and flux (Saxonia, 2023a; Saxonia, 2023b). The brazing temperature was thus changed from 680 and 720°C, the annealing temperature from 450 to 600°C, and finally, the time of 1st cooling, from 1.5 to 2.5 s.

Samples were selected over their results at shear tests (Gerling Automation, 2023b). The GLFPE Brazing bond strength measuring unit was used to run the tests. Samples were prepared to measure the layer thickness and shear resistance of intermetallic compounds (IMCs). The shear tests are destructive, but were run in a controlled area with the same operator. Firstly, IMC layer thickness and shear resistance results were analyzed, but because of the distribution of those results. Selection of the samples will use as primary criteria results over shear resistance tests. Moreover, to reduce the number of samples to be analyzed in greater detail, it was decided to consider only the best and worst samples in terms of shear strength test results. The surface and thickness will be further investigated during this study, which means samples will be tested in both directions. As such, for each thermal cycle, 2 samples represent surface tests, and 2 samples represent thickness tests.

5.3.3 Analysis

All the tests performed involved the use of different analysis techniques. For the microstructure analysis, two different instruments were used, namely, the SEM Hitachi TM-3000 with an EDS module and the Lext 4100 confocal microscope.

JMATPro software was used to obtain CCT and TTT results for the AISI 8670 used in this study. Fiji software was used for the analysis of the microstructure views. A thickness measurement module was used to measure the IMCs' layer thickness. Residual stress measurements were performed using Pulstec x360. This machine allows to measure residual stress on the surface of samples via the x-ray diffraction method. Finally, hardness measurements were realized on a Struers Duramin 40 according to ASTM A370-22 and E92-17. The Vickers method was used, with a holding time of 10 seconds, with two different strengths, HV₁₀ and HV_{0.2}, depending on the direction of measurement. Hardness tests and residual stress measurements were performed at ambient temperature. For each sample, location and test, at least three tests were done, and the average hardness and residual stress values were used.

5.3.4 Preparation

All the samples were analyzed on different machines and were prepared with polishing paper and solution up to 1 μ m. For the microstructure, etching with Nital 3% was done for 10 seconds before an analysis was performed on a microscope.

As Figure 5.2 shows, a single sample presents different zone of interest. This figure represents a view of a saw's teeth. It allows to highlight the zones of interest, namely, the joint area, the heat affected zone (HAZ), and more especially, the shoulder, which is at the end of the HAZ.



Figure 5.2 Schema of surface view of saw's teeth with zones of interest

As it is shown in figure 5.3, samples were cut in thickness direction, after which they were mounted. In this study, different zones are interesting. They are located all over the samples and especially in the HAZ. According to the manufacturer of the saws, particular attention was paid to the end of the HAZ. It represents a change because this is often the zone where fracture occurs and the most affected by the annealing process.



Figure 5.3 Steps of preparation to obtain thickness samples to analyze – a) produced sample, b) sample enrobed in thickness direction

5.4 Results and discussion

5.4.1 Selected samples from shear resistance tests over brazed samples

For both DoEs, measurements of the intermetallic compounds layer were realized. The SEM TM3000 was used to capture images, which were then processed using Fiji software to calculate the thickness of the layer. The SEM examination allowed to observe the interface between the different parts of the system. In a preliminary study, it was observed that when the samples fractured, a crack propagated from the interface between the joint and the carbide. A continuous layer of intermetallic compounds is observed along the entire interface. Figure 5.4 illustrates the resulting analysis from the image of the interface between the joint and the carbide to the software:


Figure 5.4 TM3000 view that was analyzed with Fiji software for IMCs layer measurement

The measurement results were compared with results from shear strength tests to identify any relation between both properties. Both results are detailed in Figure 5.5:



Figure 5.5 Shear strength as a function of average IMCs layer thickness for brazed saw samples

This analysis indicates that there is no significant relation between the shear strength and thickness of the IMCs layer. The literature shows that there is an optimum thickness at which layers maximize their shear resistance (Zhang *et al.*, 2023 ; Yamamoto *et al.*, 2009). Moreover, it also indicates that an optimum shear strength value is obtainable with the specific brazing temperature (Li *et al.*, 2015). The temperature will thus impact both the shear resistance and the thickness of the IMCs layer (Mofid et Loryaei, 2020). However, this is not visible in the present work. All the samples tested and both thermal cycles did not seem to identify any impact of a thermal cycle with short annealing on the shear resistance or IMCs layer thickness. Further analyses were conducted on a reduced number of samples.

The samples selected from the first thermal cycle with annealing, along with their fabrication parameters, are listed in Table 5.2:

	A15			A9		
	Brazing temperature (°C)	Annealing temperature (°C)	Time of first cooling (s)	Brazing temperature (°C)	Annealing temperature (°C)	Time of first cooling (s)
Parameters	700	525	2	700	525	1,159
Shear tests (kN)	4.32			4.22		
	A6			A5		
	Brazing temperature (°C)	Annealing temperature (°C)	Time of first cooling (s)	Brazing temperature (°C)	Annealing temperature (°C)	Time of first cooling (s)
Parameters	700	525	2	680	450	1,5
Shear tests (kN)	3.12		3.09			

Table 5.2Chemical composition of different materials of the study (wt. %)

The selected sample from this second thermal cycle with parameter of fabrication and results over shear tests are listed in another table, Table 5.3:

	S12	S9
	Brazing temperature	Brazing temperature
	(°C)	(°C)
Parameters	720	720
Shear tests		
(kN)	4.59	3.94
	S4	S2
	Brazing temperature	Brazing temperature
	(°C)	(°C)
Parameters	720	686
Shear tests		
(kN)	4.81	3.88

Table 5.3Characterization of the samples from the thermal
cycle without anneal

Four samples were selected for each cycle. Results for shear resistance tests were not analyzed because they only served as a criterion of selection of the samples for this study (Wang, Li et Wang, 2018; Torvund *et al.*, 1996; Janusz Kowalewski et Janusz Szczurek, 2017; Gerling Automation, 2023b)

Microstructure, hardness and residual stress analysis were conducted to quantify the impact of short-time annealing step during an industrial brazing process on circular wood saws.

5.4.2 Microstructure

An analysis using JMATPro software in Figure 5.6, which illustrates the TTT diagram, shows that depending on the time of the process and the cooling rate, microstructural changes can occur, with transitions between pearlite, bainite and ferrite.



Figure 5.6 TTT diagram for AISI 8670

That simulation is an initial analysis to study the microstructure of the base material, as received AISI 8670. Microscopic examinations were realized on surface and through the thickness. SEM observations at high magnification revealed the presence of large size particles as well as laths that are probably tempered martensite and ferrite microstructure. These results are in agreement with those reported by other authors (Hamidreza M. Shirazi *et al.*, 2022 ; H. M. Shirazi *et al.*, 2022). Furthermore, EDS and confocal microscope analyses also revealed the presence of carbides.



Figure 5.7 Samples views – Thermal cycle with anneal x1500



Figure 5.8 Samples views – Thermal cycle without anneal x1500

A comparison between all surface samples is presented in Figures 5.7 and 5.8. It can be seen that the microstructure is similar to that of the base material on the surface. Particles and slats typical of this type of steel according to literature, (Hamidreza M. Shirazi *et al.*, 2022), are observable in Figures 5.7 and 5.8. While all the samples would have to have a similar microstructure, this study could not reach a conclusion on the impact of short-time annealing.

5.4.3 Hardness

Hardness is a mechanical property that allows to distinguish one product from the other. Appropriate thermal cycle leads to the required hardness value in each zones of interest (Hamidreza M. Shirazi *et al.*, 2022). In this way, choosing the good annealing time allows to obtain the desired hardness. In this context, a CCT diagram of the AISI 8670 was created with JMATPro. Figure 5.9 illustrates that with a change of time, and thus of the thermal cycle, changes can occur in terms of hardness, and can be positive or negative, depending on the desired result.



Figure 5.9 CCT diagram for AISI 8670 on JMATPro

Hardness tests were conducted to observe hardness values in areas of interest and assess the impact of thermal cycle on mechanical properties.

Hardness profiles were conducted on the different samples to note any changes in this mechanical property, and are presented in Figure 5.10. It shows the different profiles in a single graph. It must be noted that, all the hardness profiles illustrated in Figure 5.11 have been conducted in the HAZ of the steel.



Figure 5.10 Hardness profiles on surface direction



Figure 5.11 Schema of sample tested on surface with localization of hardness profile

In the surface direction, there are two hardness trends, in the HAZ and at the end of the HAZ. Indeed, it can be said that the HAZ affects the hardness of the samples in that it reduces the average hardness because an increase of the heating time in the zone reduces the average hardness, as shown in the CCT diagram in Figure 5.9. This impact is illustrated by the difference between the profile for the base material and the other profiles in this zone. An average of 80 HV₁₀ is measured between the base material profile and the others in the HAZ.

Moreover, it is important to note that some variations in hardness can be observed within the HAZ, clearly demonstrating the heterogeneous nature of the Has region. The results reported in Figure 5.12 further demonstrates that it cannot be stated that a given thermal cycle has a greater impact over hardness changes than the other. For instance, S2 and A15 samples, which have received different thermal cycles, have the same hardness profile. Therefore, it can thus not be claimed that the annealing influences the hardness at the surface.

These were, however, not the only profiles studied. An analysis of the profiles in the thickness direction is required to observe the impact of the thermal cycles deep in the samples. Figure 5.12 illustrates the variations of hardness in this area. The profiles follow the same trend and have the same average value of 430 HV_{0.2}. This can be interpreted as that even in the depths of the saw's teeth, the hardness is the same, and that the annealing that is realized has no effect on the hardness.



Figure 5.12 Hardness profiles thickness direction - End of HAZ

It can be said that in terms of hardness, there is no noticeable difference between the thermal cycles with or without short-time annealing. However, anneal is mainly used to reduce residual stress induced by thermal cycles (Vöhringer, 1987). Therefore, residual stress must be analyzed to conclude on the interest of a thermal cycle with fast annealing in an industrial context.

5.4.4 Residual Stress

Residual stress measurements were performed at various locations on the different samples. Because the brazing process involves heating, a HAZ appeared, as illustrated in Figures 5.2 and 5.11. This heating creates different lines on the sample all over the HAZ. In that context, the choice was made to measure the residual stress on these lines using a Pulstec device. Figure 5.13 (a) shows a sample produced with heating lines.



Figure 5.13 Brazed samples. (a) Illustration of the heating lines (b) Localizations of measured points on Pulstec

Measurements on the surface are located in the HAZ and especially on the heating lines as illustrated in Figure 5.13 (b). 3 lines of measurements have been conducted, referenced as lines 0, 1 and 2. Each line is composed of 3 dots, left (L), middle (M) and right (R).

Residual stress measurements were performed in the thickness direction for all the batches tested as well. 3 locations were chosen, and are illustrated as Top, Middle and Bottom in Figure 5.3 (b).

Measurements on the base sample were used as a reference of comparison for the other samples tested. Figure 5.14 shows the residual stress measurement results for the base sample and for the other samples tested on the surface. There is no noticeable trend with respect to variations of the residual stress on the surface. However, it appears that on all the samples, the right edge contains more residual stress than the other positions. With regard to Figure 5.14, it seems that as we gets closer to the edge of the sample and the brazed zone, the residual stress values measured increase. This can be explained by the fact that because of the different natures of the materials, residual stress can be produced during brazing because the materials undergo thermal expansion (Zhong, Zhou et Ge, 2009; Grunder *et al.*, 2016). Moreover, machining of the edges also produces stress because of the cutting forces (Masmiati *et al.*, 2016; Liao et Lin, 2007). In that context, more stress should naturally be present in this area. However, no

noticeable changes are seen between samples having a thermal cycle with annealing and those without. Therefore, the impact of short-time annealing is not apparent. Of note though, this is not the only location where residual stress measurements can be performed. Indeed, the thickness direction is also important.



Figure 5.14 Residual Stress measurements on surface



Figure 5.15 Residual stress measurements over thickness direction

These measurements provide a better understanding of the evolution of residual stress in the samples. Indeed, it should be noted that all the samples tested have the same order of magnitude because the residual stress levels measured are all in compression, as shown in the graph in Figure 5.15, regardless of the location. The values are within the -400 to -200 MPa interval. Negative values imply compressive residual stresses, which is interesting from an industrial point of view (Sasahara, 2005 ; James, 2011).

The main goal of the present project was to observe the impact of short-time annealing during an industrial brazing process. However, there is no noticeable difference in terms of residual stress between thermal cycles with and without annealing. For some directions, with short time annealing samples, like A6 and A9 samples, have lower residual stress in the bottom direction. But this is contrasted by other trends where without short-time annealing some samples, like S12 and S9, have lower residual stress in middle location, as illustrated in Figure 5.15. In that extent, a definitive conclusion cannot be drawn on the real impact of short-time annealing during an industrial brazing process. These results do not show any significant change in terms of residual stress in the areas of interest between samples with and without short-time annealing. The process allows to maintain compressive residual stresses in the thickness of the samples, irrespective of whether or not there is short-time annealing, as shown in Figure 5.15. Yang et al. (Yang et al., 2023) show that the short-time annealing temperature influences the residual stress. However, in the present study, the short-time annealing duration was 1 second long, whereas for the Yang et al. study, it was 1 minute. Moreover, Yang et al. (Yang et al., 2023) showed that there is a mutually exclusive tendency when it comes to variation of hardness and residual stress and that both cannot be improved simultaneously. The difference in time between the present study and Yang et al. study can explain the minor changes in terms of residuals stress, strength, hardness and microstructure with or without short-time annealing. To that extend, the short-time annealing as realized presently doesn't seem to have a proper impact during the production even though this is a costly and time-consuming step during the process.

5.5 Conclusions

The microstructure, hardness and residual stress of AISI 8670 during two different thermal cycles were investigated in this study. The following conclusions were drawn:

- 1. No significant relation was found between the IMCs layer thickness and the joint shear strength.
- 2. Short-time annealing as realized in an industrial context does not seem to have a significant impact on the microstructure, hardness and residual stress.
- 3. The short-annealing duration seems to be too short to have a significant impact on this properties.

5.6 Acknowledgements

This work is supported by École de technologie supérieure de Montréal, CM2P chair and DK-Spec. The authors thank Mr. Lehoux for his help during production of the samples.

CHAPITRE 6

MISE EN PLACE INDUSTRIELLE

6.1 Introduction

Après avoir analysé les différents types d'échantillons et des suites plans d'expérience, les résultats cumulés doivent aboutir sur des réponses servant l'amélioration du procédé industriel. Les plans d'expériences avec les analyses de modélisation ont apporté des données statistiques qui ont soulevé des points importants pour l'interprétation de ces données. En effet, les valeurs de P-Value ainsi que de R2 ne sont pas pertinentes. Il est possible d'interpréter les raisons qui ont mené à ces résultats : le constat que des couples de paramètres testés de nombreuses fois présentent des résultats différents en sortie peut montrer que le procédé en lui-même n'est pas forcément répétable. Ainsi il a été fait le choix de tester la reproductibilité du procédé et c'est ce qui va être développé dans la partie suivante.

6.2 Tests de reproductibilité

Pour tester la reproductibilité du procédé, trois couples différents ont été sélectionnés en accord avec le partenaire industriel. Le choix s'est alors porté sur un couple moyen choisi à partir des intervalles de travail utilisés par DK-Spec. Le second couple utilisé a été sélectionné par rapport aux optimisations réalisées durant les plans d'expériences afin d'expérimenter des couples optimisés. Enfin, le dernier couple a été sélectionné après travail itératif de l'opérateur pour optimiser un résultat. De plus, le partenaire industriel a fait le choix de se cantonner à des couples avec recuit pour coller avec les cycles thermiques employés pour l'ensemble de leurs produits. Le choix du nombre d'échantillons a été fixé à 14 par séries. Trois séries ont donc été testées comme expliqué ci-dessus. Elles sont regroupées dans le tableau suivant :

PARAMETRES	TEMPERATURE DE BRASAGE (°C)	TEMPERATURE DE RECUIT (°C)	TEMPS DE 1ER REFROIDISSEMENT (S)	
CYCLE 1	720	399	1,16	Couple optimisé
CYCLE 2	750	560	3.5	Couple optimisé par l'opérateur
CYCLE 3	700	525	2	

Tableau 6.1Paramètres utilisés pour tests de reproductibilité

Les résultats sont décrits dans la table suivante :

	Tableau 6.2Résultats pour cycle 1		
Paramètres	Température	Température	Temps de 1er
	de brasage	de recuit	refroidissement (s)
	(°C)	(°C)	
Cycle 1	720	399	1,16
Numéro de	Test de résistance		
test	au cisaillement		
iest	(kN)		
1	4,01		
2	4,5		
3	4,55		
4	5,31		
5	4,73		
6	5,01		
7	4,63		
8	5,17		
9	5		
10	4,82		
11	4,29		
12	4,51		
13	4,76		
14	5,01	Moyenne	Déviation standard
		4,74	0,35
			7,46%

Tableau 6.3Résultats cycle 2			
Paramètres	Température	Température	Temps de 1er
	de brasage	de recuit (°C)	refroidissement (s)
	(°C)		
Cycle 2	750	560	3.5
Numéro de	Test de résistance		
test	au cisaillement		
	(kN)		
1	4,75		
2	4,28		
3	5,89		
4	4,88		
5	5,48		
6	5,31		
7	5,23		
8	5,12		
9	5,16		
10	5		
11	4,64		
12	5,7		
13	5,12		
14	5,15	Moyenne	Déviation standard
		5,12	0,42
			8,13%

Tableau 6.4Résultats cycle 3				
Paramètres	Température	Température	Temps de 1er	
	de brasage	de recuit (°C)	refroidissement (s)	
	(°C)			
Cycle 3	700	525	2	
Numéro de	Test de résistance			
tast	au cisaillement			
lesi	(kN)			
1	5,42			
2	5,11			
3	4,53			
4	4,68			
5	4,8			
6	4,85			
7	5,22			
8	4,61			
9	5			
10	4,61			
11	4,76			
12	4,61			
13	4,28			
14	4,49	Moyenne	Déviation standard	
		4,78	0,31	
			6,51%	

Ces résultats interpellent car ils permettent de voir que l'écart-type de production et de test est inférieur à 8,13%. Quand les résultats sont observés de manière plus précise, il est possible d'observer des valeurs éloignées de la moyenne comme pour la série 3 avec les tests 1 ou 13, ou encore la série 2 avec les tests 2 et 12 et enfin les tests 1 et 4 de la série 1.

Il est donc intéressant d'observer qu'il y a des points isolés dans ces séries de tests. Ces valeurs peuvent être expliquées par la nature du procédé dans un contexte industriel. En effet, malgré le fait que les échantillons aient été produits dans les mêmes conditions, il est difficile d'assurer pleinement l'exactitude de la répétabilité du procédé notamment si l'on parle du facteur humain ou climatique. C'est ainsi que dans un contexte industriel, il est important de vouloir normaliser la production afin d'assurer que d'un opérateur à l'autre, les résultats soient similaires. Malgré tout, le procédé semble montrer une certaine répétabilité qui a été quantifiée grâce à ces tests.

6.3 Gains industriels potentiels

L'ensemble des tests réalisés avaient pour but d'en apprendre plus sur le procédé de brasage en contexte industriel mais aussi de d'identifier la possibilité d'améliorer le procédé dans son déroulement en entreprise. Ainsi ont été investiguées différentes méthodes pour arriver à optimiser et la plus grande d'être elles découle de l'étude sur l'intérêt d'un cycle thermique avec recuit.

En montrant précédemment que, malgré des valeurs isolées, le procédé de brasage semble être répétable, la comparaison entre les cycles thermiques avec et sans recuit présente un réel intérêt avec le gain potentiel qui en résulterait. Ainsi, et comme validé par les analyses précédentes, le recuit réalisé durant le procédé ne montre pas d'impact significatif sur les propriétés mécaniques principalement analysées dans le cadre de ce projet, mais aussi dans le cadre des analyses industrielles.

Le recuit représente 40% du temps total de fabrication du procédé chez le partenaire industriel. Ainsi; supprimer cette étape du procédé permettrait un gain important de temps et d'énergie pour l'entreprise. C'est une première étape dans l'amélioration du procédé de brasage qui reste à poursuivre. En effet, dans le contexte d'un procédé industriel; il est important de maximiser la répétabilité d'un procédé et donc il est intéressant comme prochaines étapes d'essayer de standardiser au mieux le procédé pour parvenir à améliorer la répétabilité du procédé et s'assurer d'une constance d'un opérateur à l'autre mais aussi entre les saisons.

CONCLUSION

Durant cette étude, le procédé de brasage a été investigué afin d'obtenir une meilleure compréhension de l'impact des paramètres sur la création de la liaison en vue de l'optimisation. Une attention particulière a été prêtée au recuit court afin de conclure de l'intérêt d'une telle étape durant le procédé.

Le travail réalisé autour de l'optimisation du procédé a permis de mettre en lumière la volatilité du procédé tel qu'il est réalisé aujourd'hui. La présence de composés intermétalliques a été noté mais n'a pas été relié à quelconque paramètre utilisé durant les plans d'expérience ou une fragilité accrue par une trop grande présence de ceux-ci.

En se limitant qu'à certains paramètres changeants, il apparait alors qu'un bruit est persistant dans le procédé et donc certains paramètres indépendants de la volonté de l'opérateur viennent influencer les propriétés mécaniques des joints. Ainsi l'étude n'a pas permis d'aboutir à un couple de paramètres applicables de manière certaines au procédé pout l'optimiser mais a permis de remettre en question le cycle thermique tel qu'appliqué actuellement.

Le recuit court réalisé durant le brasage et agissant sur la fin de l'épaulement de dents des scies rondes ne montre pas d'impact significatif en termes de gain ou perte de dureté, contraintes résiduelles ou bien de changement de microstructure. L'utilisation d'un tel cycle thermique donc sans recuit court, permettrait un gain de temps de l'ordre de 30% sur la production des scies rondes tout en maintenant les standards de propriétés mécaniques requis.

RECOMMANDATIONS

Cette recherche s'est concentrée sur la compréhension du procédé de brasage, l'optimisation des propriétés mécaniques ainsi que du cycle thermique utilisé pour une telle production. Les résultats obtenus ainsi que leurs interprétations ont ouvert le débat autour de questions qui nécessiteraient d'autres investigations.

- Analyser la perte de chaleur lors du cycle thermique
- Évaluer les paramètres composants le bruit des plans d'expériences
- Réaliser des tests sur des scies sans recuit court sur le terrain pour obtenir un retour sur l'utilisation des scies en contexte réel
- Conduire une étude sur l'impact de la géométrie des bobines d'induction sur le procédé de fabrication

BIBLIOGRAPHIE

- Akselsen, O. M. 1992. « Advances in brazing of ceramics ». *Journal of Materials Science*, vol. 27, n° 8, p. 1989-2000. < https://doi.org/10.1007/BF01117909>.
- Amelzadeh, Mohammadreza et Seyyed Ehsan Mirsalehi. 2020. « Dissimilar joining of WC-Co to steel by low-temperature brazing ». *Materials Science and Engineering: B*, vol. 259, p. 114597. https://doi.org/10.1016/j.mseb.2020.114597>.
- Andrén, Hans-Olof. 2001. « Microstructures of cemented carbides ». *Materials & Design*, vol. 22, nº 6, p. 491-498. < https://doi.org/10.1016/S0261-3069(01)00006-1>.
- Anon. 1983. «Welding, Brazing, and Soldering ». In *Metals Handbook*, 9th éd., p. 2873. vol.
 6. American Society for Metals.
- Anon. [s d]. « Vacuum brazing of mild steel using eutectic CuSil brazing alloy | Elsevier Enhanced Reader ». < https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.10.335>. Consulté le 20 avril 2022.
- Battenbough, Dr A J. 2011. « Surface Preparation for High Vacuum Brazing ». p. 4.
- Blugan, Gurdial, Jakob Kuebler, Vinzenz Bissig et Jolanta Janczak-Rusch. 2007. « Brazing of silicon nitride ceramic composite to steel using SiC-particle-reinforced active brazing alloy ». *Ceramics International*, vol. 33, nº 6, p. 1033-1039. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2006.03.010>.
- Cai, Qingshan, Wensheng Liu, Yunzhu Ma et Zixuan Wang. 2015. « Diffusion brazing of tungsten and steel using Ti–Ni liquid phase forming interlayer ». *Fusion Engineering and Design*, vol. 91, p. 67-72. < https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2014.12.029>.
- Canada. 2020. « The State of Canada's Forests Annual Report 2020 ». p. 96.
- Chen, Hongsheng, Keqin Feng, Shifeng Wei, Ji Xiong, Zhixing Guo et Hui Wang. 2012. « Microstructure and properties of WC–Co/3Cr13 joints brazed using Ni electroplated interlayer ». *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, vol. 33, p. 70-74. https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2012.02.018>.
- Chen, Yong-Chwang et Kwo-An Chiang. 2009. « Wear resistance of SK3 carbon tool steel coated a thin layer of cobalt base alloy and poly crystalline diamond by laser brazing ». *Journal of the Chinese Institute of Engineers*, vol. 32, n° 3, p. 343-349. https://doi.org/10.1080/02533839.2009.9671514>.
- Choudhary, R. K., A. Laik et P. Mishra. 2017. « Microstructure Evolution During Stainless Steel-Copper Vacuum Brazing with a Ag/Cu/Pd Filler Alloy: Effect of Nickel Plating ». *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 26, n° 3, p. 1085-1100. https://doi.org/10.1007/s11665-017-2553-6>.

Cooke, Kavian O., Tahir I. Khan et Gossett D. Oliver. 2013. « Diffusion Brazing of Al6061/15 Vol. Pct Al2O3p Using a Cu-Sn Interlayer ». *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 44, n° 3, p. 722-729. https://doi.org/10.1007/s11663-013-9814-z>.

DK-Spec. 2023. Feuille de suivie de la production des scies.

- Fan, Yonggang, Junxiang Fan et Cong Wang. 2019. « Brazing temperature-dependent interfacial reaction layer features between CBN and Cu-Sn-Ti active filler metal ». *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 35, nº 10, p. 2163-2168. https://doi.org/10.1016/j.jmst.2019.05.041>.
- Felba, Jan, Kazimierz P Friedel, Peter Krull, Igor L Pobol et Helmut Wohlfahrt. 2001. « Electron beam activated brazing of cubic boron nitride to tungsten carbide cutting tools ». *Vacuum*, vol. 62, nº 2-3, p. 171-180. https://doi.org/10.1016/S0042-207X(01)00121-X>.
- Gambaro, S., F. Valenza, A. Passerone, G. Cacciamani et M. L. Muolo. 2016. « Brazing transparent YAG to Ti6Al4V: reactivity and characterization ». *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 36, nº 16, p. 4185-4196. https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2016.05.022>.

Gerling Automation. 2023a. GLL Automatic precision Brazing Machine.

Gerling Automation. 2023b. GLFPE Brazing Bond Strength measuring unit.

- Grunder, T., A. Piquerez, M. Bach et P. Mille. 2016. « Residual Stress in Brazing of Submicron Al2O3 to WC-Co ». *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 25, n° 7, p. 2914-2921. < https://doi.org/10.1007/s11665-016-2155-8>.
- Gu, Ji, Min Song, Song Ni, Shengfeng Guo et Yuehui He. 2013. « Effects of annealing on the hardness and elastic modulus of a Cu36Zr48Al8Ag8 bulk metallic glass ». *Materials & Design*, vol. 47, p. 706-710. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.12.071>.
- Guía-Tello, J. C., M. A. Pech-Canul, E. Trujillo-Vázquez et M. I. Pech-Canul. 2017.
 « Furnace Brazing Parameters Optimized by Taguchi Method and Corrosion Behavior of Tube-Fin System of Automotive Condensers ». *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 26, nº 8, p. 3901-3914. https://doi.org/10.1007/s11665-017-2805-5>.
- Guo, Jun, Zhigang Zak Fang, Peng Fan et Xu Wang. 2011. « Kinetics of the formation of metal binder gradient in WC–Co by carbon diffusion induced liquid migration ». Acta Materialia, vol. 59, nº 11, p. 4719-4731.
 https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.04.019>.

- Hasan, Mahadi, Jingwei Zhao, Zhenyi Huang, Hui Wu, Fanghui Jia et Zhengyi Jiang. 2019. « Effects of Holding Time on the Sintering of Cemented Tungsten Carbide Powder and Bonding with High-Strength Steel Wire ». *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 28, n° 7, p. 4074-4085. < https://doi.org/10.1007/s11665-019-04153-5>.
- Hernandez, X., C. Jiménez, K. Mergia, P. Yialouris, S. Messoloras, V. Liedtke, C. Wilhelmi et J. Barcena. 2014. « An Innovative Joint Structure for Brazing Cf/SiC Composite to Titanium Alloy ». *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 23, nº 8, p. 3069-3076. https://doi.org/10.1007/s11665-014-1074-9>.
- James, M.N. 2011. « Residual stress influences on structural reliability ». *Engineering Failure Analysis*, vol. 18, n° 8, p. 1909-1920. https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2011.06.005.
- Janusz Kowalewski et Janusz Szczurek. 2017. « Issues in vacuum brazing ». <https://www.secowarwick.com/wp-content/uploads/2017/03/Issues-in-vacuumbrazing-VAC.pdf>. Consulté le 25 février 2022.
- Javidikia, Mahshad, Morteza Sadeghifar, Victor Songmene et Mohammad Jahazi. 2020. « Effect of turning environments and parameters on surface integrity of AA6061-T6: experimental analysis, predictive modeling, and multi-criteria optimization ». *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 110, nº 9-10, p. 2669-2683. https://doi.org/10.1007/s00170-020-06027-w.
- Karzhavin, V.V., B.N. Guzanov et G.V. Mineev. 2010. « Methods for surface preparation for brazing dissimilar metallic materials ». *Welding International*, vol. 24, nº 9, p. 726-729. https://doi.org/10.1080/09507116.2010.486175>.
- Kashyap, Satadru, Tanmoy Banik et Tippana Sahachar Reddy. 2020. « Comparative study and modelling of machinability characteristics of single and double tempered AISI H13 steel during hard part finish turning using brazed tungsten carbide tip ». *Materials Today: Proceedings*, vol. 26, p. 1430-1438. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.02.296>.
- Khorunov, V F, B V Stefaniv et S V Maksymova. [s d]. « ON STRUCTURE OF Ag—Cu— Zn—Sn SYSTEM ALLOYS ». p. 4.
- L Olson, D., B. Mishra et D. W. Wenman. 2001. « Welding, Brazing and Joining of Refractory Metals and Alloys ». *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, vol. 22, n° 1, p. 1-23. https://doi.org/10.1080/08827509808962487>.
- Lee, W.-B., B.-D. Kwon et S.-B. Jung. 2004. « Effect of bonding time on joint properties of vacuum brazed WC – Co hard metal/carbon steel using stacked Cu and Ni alloy as insert metal ». *Materials Science and Technology*, vol. 20, nº 11, p. 1474-1478. https://doi.org/10.1179/026708304X4312>.

- Li, Jia, Guangmin Sheng et Li Huang. 2015. « Additional active metal Nb in Cu–Ni system filler metal for brazing of TiC cermet/steel ». *Materials Letters*, vol. 156, p. 10-13. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2015.04.126>.
- Li, Li, Xiaoqiang Li, Ke Hu, Shengguan Qu, Chao Yang et Zhifeng Li. 2015. « Effects of brazing temperature and testing temperature on the microstructure and shear strength of γ-TiAl joints ». *Materials Science and Engineering: A*, vol. 634, p. 91-98.
 https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.03.039>.
- Li, Wen-Ya, Chang-Jiu Li et Hanlin Liao. 2006. « Effect of Annealing Treatment on the Microstructure and Properties of Cold-Sprayed Cu Coating ». *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 15, n° 2, p. 206-211. https://doi.org/10.1361/105996306X108066>.
- Li, Yuanxing, Zongtao Zhu, Yongpan He, Hui Chen, Chao Jiang, Dengquan Han et Junfu Li. 2016. «WC particulate reinforced joint by ultrasonic-associated brazing of WC-Co/35CrMo ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 238, p. 15-21. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.06.037>.
- Liao, Y.S. et H.M. Lin. 2007. « Mechanism of minimum quantity lubrication in high-speed milling of hardened steel ». *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 47, nº 11, p. 1660-1666. https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2007.01.007>.
- Liu, G. W., G. J. Qiao, H. J. Wang, J. P. Wang et T. J. Lu. 2011. « Bonding Mechanisms and Shear Properties of Alumina Ceramic/Stainless Steel Brazed Joint ». *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 20, n° 9, p. 1563-1568. https://doi.org/10.1007/s11665-011-9840-4>.
- Liu, G. W., F. Valenza, M. L. Muolo et A. Passerone. 2010. « SiC/SiC and SiC/Kovar joining by Ni–Si and Mo interlayers ». *Journal of Materials Science*, vol. 45, nº 16, p. 4299-4307. https://doi.org/10.1007/s10853-010-4337-3>.
- Liu, G.W., G.J. Qiao, H.J. Wang, J.F. Yang et T.J. Lu. 2008. « Pressureless brazing of zirconia to stainless steel with Ag–Cu filler metal and TiH2 powder ». *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 28, nº 14, p. 2701-2708. https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2008.04.008>.
- Lukin, V.I., V.S. Rylnikov et A.N. Afanasyev-Khodykin. 2015. « A nickel-based brazing alloy for brazing creep-resisting alloys and steels ». *Welding International*, vol. 29, n° 7, p. 567-572. https://doi.org/10.1080/09507116.2014.952498>.
- M. Shirazi, H., R. Georges, B. Ugulino, R. Hernández et C. Blais. 2022. « Application of cross-rolling and austempering–tempering to the production of rotary cutting tools ». *Journal of Materials Science*, vol. 57, nº 32, p. 15612-15635. https://doi.org/10.1007/s10853-022-07597-8>.

- M. Shirazi, Hamidreza, Rémi Georges, Roger Hernandez et Carl Blais. 2022. « Effect of the cross-rolling and austempering heat treatment on the microstructure, texture, and mechanical properties of a low alloyed steel used in rotary cutting tools ». *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 120, nº 5-6, p. 3787-3804. https://doi.org/10.1007/s00170-022-08911-z>.
- Mao, Yangwu, Sheng Wang, Liangxing Peng, Quanrong Deng, Pei Zhao, Beibei Guo et Yizhong Zhang. 2016. « Brazing of graphite to Cu with Cu50TiH2 + C composite filler ». *Journal of Materials Science*, vol. 51, nº 4, p. 1671-1679. https://doi.org/10.1007/s10853-015-9415-0>.
- Masmiati, Nik, Ahmed A.D. Sarhan, Mohsen Abdel Naeim Hassan et Mohd Hamdi. 2016. « Optimization of cutting conditions for minimum residual stress, cutting force and surface roughness in end milling of S50C medium carbon steel ». *Measurement*, vol. 86, p. 253-265. https://doi.org/10.1016/j.measurement.2016.02.049>.
- Milkey, K R, A R Samsudin, A K Dubey et P Kidd. 2014. « Comparison between Taguchi Method and Response Surface Methodology (RSM) in Modelling CO2 Laser Machining ». vol. 8, nº 1.
- Mofid, M.A. et E. Loryaei. 2020. « Effect of bonding temperature on microstructure and intermetallic compound formation of diffusion bonded magnesium/aluminum joints ». *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, vol. 51, nº 4, p. 413-421. https://doi.org/10.1002/mawe.201900080>.
- Mustain, H. A., William D. Brown et Simon S. Ang. 2009. « Tungsten Carbide as a Diffusion Barrier on Silicon Nitride Active- Metal-Brazed Substrates for Silicon Carbide Power Devices ». *Journal of Electronic Packaging*, vol. 131, nº 3, p. 034502. https://doi.org/10.1115/1.3153582>.
- Ngan, Cheng Loong, Mahiran Basri, Fui Fang Lye, Hamid Reza Fard Masoumi, Minaketan Tripathy, Roghayeh Abedi Karjiban et Emilia Abdul-Malek. 2014. « Comparison of Box–Behnken and central composite designs in optimization of fullerene loaded palm-based nano-emulsions for cosmeceutical application ». *Industrial Crops and Products*, vol. 59, p. 309-317. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.05.042>.
- Olympus. 2023. *Documentation Olympus Lext4100*. ">https://www.olympus-ims.com/fr/microscopes/laser-confocal/ols5100/>.
- Paidar, M., K.S. Ashraff Ali, O.O. Ojo, V. Mohanavel, J. Vairamuthu et M. Ravichandran. 2021. « Diffusion brazing of Inconel 617 and 321 stainless steel by using AMS 4772 Ag interlayer ». *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 61, p. 383-395. https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2020.11.013>.

- Paidar, Moslem, Dmitry Bokov, Mahyuddin K.M. Nasution, Sadok Mehrez, Olatunji Oladimeji Ojo et Kavian Omar Cooke. 2021. « Diffusion brazing of IN738 to SiC ceramic with Ag-Cu-Ti powder: Effect of bonding time on metallurgical and mechanical properties ». *Results in Physics*, vol. 31, p. 104956. https://doi.org/10.1016/j.rinp.2021.104956>.
- Pashkov, I.N, V.E Misnikov, V.A Morozov et S.A Tavolzhanskiy. 2019. « Induction brazing of carbide cutters for a mining tool. The choice of composition and solder form ». *Welding International*, vol. 33, nº 10-12, p. 411-417. https://doi.org/10.1080/09507116.2021.1894032>.
- Qin, Youqiong et Jicai Feng. 2009. « Active brazing carbon/carbon composite to TC4 with Cu and Mo composite interlayers ». *Materials Science and Engineering: A*, vol. 525, n° 1-2, p. 181-185. https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.06.049>.
- Różański, Maciej et Janusz Adamiec. 2012. « Diffusion Brazing of Titanium via Copper Layer ». *Solid State Phenomena*, vol. 191, p. 249-253. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.191.249.
- Sasahara, Hiroyuki. 2005. « The effect on fatigue life of residual stress and surface hardness resulting from different cutting conditions of 0.45%C steel ». *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 45, n° 2, p. 131-136. https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2004.08.002>.
- Saunders, N., U. K. Z. Guo, X. Li, A. P. Miodownik et J. -Ph. Schillé. 2003. « Using JMatPro to model materials properties and behavior ». *JOM*, vol. 55, n° 12, p. 60-65. https://doi.org/10.1007/s11837-003-0013-2>.
- Saxonia. 2023a. BrzeTec h285 Paste.
- Saxonia. 2023b. BrazeTec 4900A.
- Schwartz, Mel M. 1993a. « Introduction to Brazing and Soldering ». In Welding, Brazing, and Soldering, sous la dir. de Olson, David LeRoy, Thomas A. Siewert, Stephen Liu et Glen R. Edwards, p. 109-113. ASM International. https://doi.org/10.31399/asm.hb.v06.a0001344>. Consulté le 1 février 2022.
- Schwartz, Mel M. 1993b. « Fundamentals of Brazing ». In Welding, Brazing, and Soldering, sous la dir. de Olson, David LeRoy, Thomas A. Siewert, Stephen Liu et Glen R. Edwards, p. 114-125. ASM International.
 https://doi.org/10.31399/asm.hb.v06.a0001345>. Consulté le 20 avril 2022.
- Sechi, Yoshihisa, Takuya Tsumura et Kazuhiro Nakata. 2010. « Dissimilar laser brazing of boron nitride and tungsten carbide ». *Materials & Design*, vol. 31, nº 4, p. 2071-2077. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2009.10.009>.

- Sedgwick, T. O. 1983. « Short Time Annealing ». *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 130, n° 2, p. 484-493. https://doi.org/10.1149/1.2119736>.
- Shi, J.M., L.X. Zhang, X.Y. Pan, X.Y. Tian et J.C. Feng. 2018. « Microstructure evolution and mechanical property of ZrC-SiC/Ti6Al4V joints brazed using Ti-15Cu-15Ni filler ». *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 38, nº 4, p. 1237-1245. https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2017.11.045>.
- Shi, J.M., L.X. Zhang, X.Y. Tian, H.W. Li et J.C. Feng. 2018. «Vacuum brazing of the Cf/C composite and Ni base superalloy using MBF 20 filler ». *Vacuum*, vol. 156, p. 427-433. https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2018.08.004>.
- Simões, Sónia. 2018. « Diffusion Bonding and Brazing of Advanced Materials ». *Metals*, vol. 8, nº 11, p. 959. https://doi.org/10.3390/met8110959>.
- Stalin, B., M. Ravichandran, K. Vadivel et J. Vairamuthu. 2020. « Optimization of brazing process parameters in butt joint of brass 319 using Taguchi method ». *Materials Today: Proceedings*, vol. 21, p. 237-243. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.04.226>.
- Tillmann, Wolfgang, Benjamin Lehmert, Matthias Manka, Lukas Wojarski et Michael Holewa. 2020. « Investigation of wetting behaviour of hardenable copper basedalloys for brazing applications ». *Science and Technology of Welding and Joining*, vol. 25, nº 4, p. 290-296. < https://doi.org/10.1080/13621718.2019.1688458>.
- Torvund, T., Ø. Grong, O. M. Akselsen et J. H. Ulvensøen. 1996. « A process model for active brazing of ceramics: Part I Growth of reaction layers ». *Journal of Materials Science*, vol. 31, nº 23, p. 6215-6222. https://doi.org/10.1007/BF00354441.
- Uysal, Alper, Erdem Eryildiz et Erhan Altan. 2019. « Turning Performance of Bonded Cutting Tools with Nanographene or Multi-walled Carbon Nanotube Particle-Reinforced Epoxy-Based Nanocomposite Adhesives ». *Arabian Journal for Science and Engineering*, vol. 44, n° 9, p. 7737-7752. https://doi.org/10.1007/s13369-019-03876-w>.
- Vöhringer, O. 1987. « RELAXATION OF RESIDUAL STRESSES BY ANNEALING OR MECHANICAL TREATMENT ». In *Residual Stresses*, p. 367-396. Elsevier. https://doi.org/10.1016/B978-0-08-034062-3.50027-6. Consulté le 9 août 2023.
- Wang, N., D.P. Wang, Z.W. Yang, Y. Wang et X.G. Liu. 2017. « Zirconia ceramic and Nb joints brazed with Mo-particle-reinforced Ag-Cu-Ti composite fillers: Interfacial microstructure and formation mechanism ». *Ceramics International*, vol. 43, nº 13, p. 9636-9643. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.04.133>.

- Wang, Xue-Gang, Xin-Geng Li et Cheng-Guo Wang. 2018. « Influence of diffusion brazing parameters on microstructure and properties of Cu/Al joints ». *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 35, p. 343-350. https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2018.08.020>.
- Wang, Y., Y.T. Zhao, Z.W. Yang et D.P. Wang. 2018. « Microstructure, residual stress and mechanical properties of Al2O3/Nb joints vacuum-brazed with two Ag-based active fillers ». *Vacuum*, vol. 158, p. 14-23. https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2018.09.028>.
- Way, Matthew, Jack Willingham et Russell Goodall. 2020. « Brazing filler metals ». International Materials Reviews, vol. 65, n° 5, p. 257-285. https://doi.org/10.1080/09506608.2019.1613311.
- Winiowski, Andrzej et Maciej Różański. 2014. « Vacuum brazing of stainless steel with silver binder containing nickel and tin ». *Welding International*, vol. 28, nº 12, p. 947-952. https://doi.org/10.1080/09507116.2012.753235>.
- Wu, Ze, Jianxin Deng, Youqiang Xing, Hongwei Cheng et Jun Zhao. 2012. « Effect of surface texturing on friction properties of WC/Co cemented carbide ». *Materials & Design*, vol. 41, p. 142-149. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.05.012>.
- Xu, P.Q. 2011. « Dissimilar welding of WC–Co cemented carbide to Ni42Fe50.9C0.6Mn3.5Nb3 invar alloy by laser–tungsten inert gas hybrid welding ». *Materials & Design*, vol. 32, nº 1, p. 229-237.
 https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.06.006>.
- Yamamoto, Naotsugu, Jinsun Liao, Shuhei Watanabe et Kazuhiro Nakata. 2009. « Effect of Intermetallic Compound Layer on Tensile Strength of Dissimilar Friction-Stir Weld of a High Strength Mg Alloy and Al Alloy ». *MATERIALS TRANSACTIONS*, vol. 50, n° 12, p. 2833-2838. https://doi.org/10.2320/matertrans.M2009289>.
- Yang, Jingzhao, Kun Bu, Yanjun Zhou, Kexing Song, Yu Song, Tao Huang, Xiaowen Peng, Haitao Liu et Yibo Du. 2023. « Influence of short-time annealing on the evolution of the microstructure, mechanical properties and residual stress of the C19400 alloy strips ». *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 941, p. 168705. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.168705>.
- Yang, Tian-en, Li Yang, Ji Xiong, Lan Sun, Zhi-xing Guo et Xiao-ming Zheng. 2014.
 « Brazing behavior of ultrafine cemented carbide with stainless steel ». *Journal of Central South University*, vol. 21, nº 8, p. 2991-2999.
 https://doi.org/10.1007/s11771-014-2267-y>.

- Zhang, Jian, Jiapeng Xu, Jin Huang, Ruxia Liu, Yong Xiao, Guoqiang Luo et Qiang Shen. 2023. «High shear strength Kovar/AlN joints brazed with AgCuTi/Cu/AgCuTi sandwich composite filler ». *Materials Science and Engineering: A*, vol. 862, p. 144435. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.144435>.
- Zhang, Jie, L.Y. Lin, J.C. Xu et X.Q. Liu. 2007. « Microstructure and Properties of Brazing Joint between YG8 Cemented Carbide and A3 Steel ». *Solid State Phenomena*, vol. 127, p. 265-270. < https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.127.265>.
- Zhang, X. Z., G. W. Liu, J. N. Tao, H. C. Shao, H. Fu, T. Z. Pan et G. J. Qiao. 2017. « Vacuum Brazing of WC-8Co Cemented Carbides to Carbon Steel Using Pure Cu and Ag-28Cu as Filler Metal ». *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 26, nº 2, p. 488-494. < https://doi.org/10.1007/s11665-016-2424-6>.
- Zhang, Xin, Tong-Yi Zhang, Man Wong et Yitshak Zohar. 1998. « Residual-stress relaxation in polysilicon thin films by high-temperature rapid thermal annealing ». Sensors and Actuators A: Physical, vol. 64, nº 1, p. 109-115. < https://doi.org/10.1016/S0924-4247(97)01661-0>.
- Zhang, Yuwen, Ting Liu, Jialu Zhang, Chengzhang Wu, Xionggang Lu et Weizhong Ding. 2017. « Induction brazing BaCo 0.7 Fe 0.2 Nb 0.1 O 3-δ membrane tubes to steel supports with Ag-based filler in air ». *Journal of Membrane Science*, vol. 533, p. 19-27. https://doi.org/10.1016/j.memsci.2017.03.024>.
- Zhong, Zhihong, Tatsuya Hinoki, Takashi Nozawa, Yi-Hyun Park et Akira Kohyama. 2010.
 « Microstructure and mechanical properties of diffusion bonded joints between tungsten and F82H steel using a titanium interlayer ». *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 489, nº 2, p. 545-551.
 https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.09.105>.
- Zhong, Zhihong, Zhangjian Zhou et Changchun Ge. 2009. « Brazing of doped graphite to Cu using stress relief interlayers ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 209, nº 5, p. 2662-2670. < https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2008.06.021>.
- Zolgharnein, Javad, Ali Shahmoradi et Jahan B. Ghasemi. 2013. « Comparative study of Box-Behnken, central composite, and Doehlert matrix for multivariate optimization of Pb (II) adsorption onto *Robinia* tree leaves: Multivariate optimization ». *Journal of Chemometrics*, vol. 27, nº 1-2, p. 12-20. < https://doi.org/10.1002/cem.2487>.