ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À
L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

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

PAR
Margaux ROKVAM

CARACTÉRISATION DE MICROSTRUCTURES DE JOINTS BRASÉS AVEC LES ALLIAGES BCU-1, BAG-13A, BAU-4, BAU-6, BNI-1A, BNI-2, BNI-3 ET PALNICRO 36M AYANT POUR MÉTAL DE BASE UN SUPERALLIAGE BASE NICKEL

MONTRÉAL, LE 23 AOÛT 2011

 Margaux ROKVAM, 2011

PRÉSENTATION DU JURY

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Philippe BOCHER, directeur de mémoire
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

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

M. Daniel P. TURNER, membre du jury
PRATT & WHITNEY CANADA

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

LE 28 JUILLET 2011

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

En tout premier lieu, je tiens à remercier chaleureusement Pratt & Whitney Canada pour m'avoir offert l'opportunité de travailler sur ce projet. En particulier, je remercie Daniel TURNER, ing. qui a fait beaucoup pour que ce projet fonctionne et aboutisse à quelque chose de concret. De plus, il m'a donné de précieux conseils et m'a fait partager son expérience du procédé de brasage. Enfin, travailler avec lui a été une expérience personnelle très enrichissante.

Je remercie également, Philippe BOCHER, mon directeur de recherche, pour m'avoir proposé ce projet et pour ses remarques pertinentes à propos de mon travail.

Je remercie toutes les personnes sans qui ce projet n'aurait pu être réalisé. Je pense aux personnes du laboratoire LOPFA de l'ETS, en particulier, Florent BRIDIER et Jean-Charles STINVILLE qui ont une grande maîtrise des microscopes électroniques à balayage et qui ont toujours étaient très disponibles et à mon écoute. Je pense au personnel de la chambre blanche et des traitements thermiques de Pratt & Whitney qui ont consacré une partie de leur travail pour la réalisation des essais. Je remercie particulièrement Michel BESSETTE pour m'avoir consacré autant de temps et avoir fait un travail de grande qualité. Je pense également aux personnes du laboratoire de métallurgie de Pratt & Whitney qui ont su prendre de leur temps pour m'expliquer le fonctionnement des appareils et pour me conseiller sur les préparations des échantillons.

Enfin, je remercie ma famille qui, même loin, a su être un soutien indéfectible pendant ces 18 mois de projet.

CARACTÉRISATION DE MICROSTRUCTURES DE JOINTS BRASÉS AVEC LES ALLIAGES BCU-1, BAG-13A, BAU-4, BAU-6, BNI-1A, BNI-2, BNI-3 ET PALNICRO 36M AYANT POUR MÉTAL DE BASE UN SUPERALLIAGE BASE NICKEL

Margaux ROKVAM

RÉSUMÉ

Cette étude avait pour but de caractériser les microstructures de joints brasés ayant pour métal de base de l'Inconel 625. Les brasures employées sont toutes utilisées en production chez Pratt & Whitney Canada et sont au nombre de huit : BCu-1, BAg-13a, BAu-4, BAu-6, Palnicro 36M, BNi-1a, BNi-2 et BNi-3. Une des contraintes importantes de cette étude a été de rester le plus proche possible de ce qui se fait en production afin de mieux comprendre le comportement des pièces de service par la suite.

Dans un premier temps, des essais de mouillage ont été réalisés dans le but de mieux connaître les alliages de brasage étudiés, certains ayant un comportement totalement inconnu. Les angles de mouillage et le diamètre d'étalement d'une goutte de brasure ont été relevés pour différentes combinaisons des paramètres de four de brasage. Ceci a été fait pour toutes les brasures. L'étude s'est poursuivie par une autre série d'essais destinés eux à l'observation et à la compréhension de la microstructure des joints brasés. Pour cela, l'écartement entre les deux plaquettes d'Inconel 625 variait entre 0 et 175 μm. De plus, deux temps de brasage ont été choisis : 15 et 150 minutes, permettant ainsi de couvrir une vaste gamme de cas présents dans le monde industriel. Pour caractériser ces microstructures, il a fallu identifier les phases en présence, les quantifier et enfin essayer de les nommer et/ou de les catégoriser. Toutes les analyses ont été faites grâce à des appareils sophistiqués comme le microscope électronique à balayage à cathode chaude ou encore la microsonde atomique, dû à la présence de bore dans certains alliages de brasage.

Les essais de mouillage ont permis de montrer que toutes les brasures possèdent un excellent mouillage avec un écoulement contrôlable lors de brasage sous vide en atmosphère partielle. Des valeurs de paramètres de four permettant d'optimiser le mouillage ont aussi été déterminées. Les analyses de caractérisation et d'identification de la microstructure ont mis en évidence une répartition du joint en différentes zones, souvent communes entres les brasures. Les brasures d'une même famille possèdent une microstructure avec de nombreux points communs d'un point de vue morphologique. Cependant, des spécificités sont propres à chacune ce qui pourra faire une différence sur le comportement mécanique de la pièce. Les brasures à base de nickel sont très complexes et forment des phases eutectiques binaires ou ternaires au milieu de phases simples et de phases précipitées. Les alliages à base d'or présentent une structure dite d'eutectique à très fines lamelles mais dont la répartition est particulière. L'alliage BAg-13a est lui principalement constitué d'une phase eutectique en « dentelle » et le BCu-1 montre simplement une solution solide de cuivre parsemée de petites phases riches en chrome sur la ligne centrale du joint.

Mots-clés : brasage, Inconel 625, microstructure, mouillage

CARACTÉRISATION DE MICROSTRUCTURES DE JOINTS BRASÉS AVEC LES ALLIAGES BCU-1, BAG-13A, BAU-4, BAU-6, BNI-1A, BNI-2, BNI-3 ET PALNICRO 36M AYANT POUR MÉTAL DE BASE UN SUPERALLIAGE BASE NICKEL

Margaux ROKVAM

ABSTRACT

The main goal of this study was the characterization of microstructures of brazed joints using Inconel 625 as base metal. The braze alloys of the study are used in production at Pratt & Whitney Canada and are: BCu-1, BAg-13a, BAu-4, BAu-6, Palnicro 36M, BNi-1a, BNi-2 and BNi-3. One of the requirements of the study was to stay close to what happens in production to have a better understanding of the mechanical and microstructural behavior of pieces on duty.

First, some tests were running about wetting in order to observe the behavior of the studied braze alloys, because some were totally unknown. The wetting angles and the diameter of the spreading of a braze alloy droplet were noted for different associations of brazing furnace parameters. This was made for all the braze alloys. The study went on with tests for the watching and the understanding of brazed microstructures. In order to study the evolution of microstructures and the impact of brazing parameters for a wide range of industrial cases, the gap of the joints had different values between 0 and 175 µm and the assemblies were brazed 15 or 150 minutes in furnaces. To characterize these microstructures, the phases of brazed joints needed to be identified, listed, quantified and finally named. All these analysis used sophisticated devices such as scanning electron microscope or electron probe microanalyzer because of the presence of boron, chemical element, in some braze alloys.

The wetting tests showed that all the braze alloys have an excellent wetting with a good flow for furnace brazing under partial pressure of inert atmosphere. Some values of furnace parameters were determined to optimize the wetting. The characterization of microstructures put in highlight that the joint had a repartition in different zones, often in common for the different braze alloys. The braze alloys of a same family have a very similar microstructure morphology but specificities are visible for each alloy and could make the difference for the mechanical behavior. Nickel braze alloys are very complex and comprise binary or ternary eutectic phases which go with other boride, silicide and precipitated phases. Gold base braze alloys show eutectic microstructures with very tiny needles of solid solutions of gold and nickel but with particular repartition. The Bag-13a alloy is mostly characterized by eutectic structure in lacelike whereas BCu-1 is made of a solid solution of copper with few scattered phases rich in chromium in the central line of the joint.

Keywords: brazing, Inconel 625, microstructure, wetting

TABLE DES MATIÈRES

Page

INTRODUCTION 1

CHAPITRE 1 REVUE DE LITTERATURE 3
1.1 Le brasage - Principes 3
1.2 Les principaux phénomènes physiques du brasage 5
1.2.1 Le mouillage et les forces de capillarité 5
1.2.1.1 Mouillage 5
1.2.1.2 Mesure de l'angle de mouillage 8
1.2.1.3 Capillarité 9
1.2.2 Les principes de diffusion et de dissolution 10
1.2.2.1 Loi de Fick 11
1.2.2.2 La diffusion dans le cadre du brasage 12
1.2.2.3 Erosion 13
1.3 Le joint 14
1.3.1 Différents types de joints 14
1.3.2 La hauteur du joint 15
1.4 Le brasage au four 16
1.5 Le métal de base : superalliages à base nickel 18
1.5.1 Inconel 625 et Inconel 718 18
1.5.2 Brasage des superalliages Inconel 625 et Inconel 718 19
1.5.3 Préparation de surface avant brasage 20
1.6 Les alliages de brasage 21
1.6.1 Les alliages à base nickel 23
1.6.1.1 BNi-2 23
1.6.1.2 BNi-1a 24
1.6.1.3 BNi-3 24
1.6.1.4 Palnicro 36M 24
1.6.2 Les alliages à base or 25
1.6.2.1 BAu-4 25
1.6.2.2 BAu-6 26
1.6.3 L'alliage à base cuivre 26
1.6.3.1 BCu-1 26
1.6.4 L'alliage à base argent 27
1.6.4.1 BAg-13a 27
1.7 Les paramètres de brasage pour les différents alliages de brasage 28
1.7.1 Température de brasage 28
1.7.2 Liquation 29
1.7.3 Chauffage et refroidissement 29
1.8 Microstructures des joints brasés 30
1.8.1 Les alliages à base nickel 31
1.8.1.1 Système Ni-Cr-Si-Fe-B (BNi-1a et BNi-2) 31

1.8.1.2 Système Ni-Si-B-Fe (BNi-3) 35
1.8.1.3 Système Ni-Pd-Cr (Palnicro 36M)..... 36
1.8.2 Les alliages à base or 38
1.8.2.1 BAu-4..... 38
1.8.2.2 BAu-6..... 40
1.8.3 L'alliage à base cuivre 42
1.8.4 L'alliage à base argent 43

CHAPITRE 2 MÉTHODES D'EXPÉRIMENTATION 45
2.1 Principes des essais 45
2.1.1 Essais de mouillage..... 45
2.1.2 Essais de brasage..... 45
2.2 Types de montages.....46
2.2.1 Essais de mouillage..... 46
2.2.2 Essais de brasage..... 47
2.3 Préparation des montages 48
2.3.1 Préparation de surface des substrats 48
2.3.2 Assemblage 49
2.4 Brasage des échantillons 51
2.4.1 Les alliages de brasage..... 51
2.4.2 Le four et les recettes de brasage 53
2.5 Études et analyses des brasages (plaquettes et joints brasés) 55
2.5.1 Inspection visuelle 55
2.5.2 Microscope optique..... 56
2.5.2.1 Préparation des échantillons observés 56
2.5.2.2 Essais de mouillage..... 57
2.5.2.3 Essais de brasage..... 57
2.5.3 Microscope électronique à balayage (MEB)..... 58
2.5.3.1 Principes..... 58
2.5.3.2 Imagerie 60
2.5.3.3 Analyse chimique..... 61

CHAPITRE 3 RESULTATS DES ESSAIS ET DES ANALYSES 62
3.1 Les essais de mouillage..... 62
3.1.1 Résultats des essais de mouillage 62
3.1.1.1 Étalements :..... 62
3.1.1.2 Angles mouillage : 63
3.1.2 Analyses des résultats 64
3.1.2.1 Étude des échantillons..... 64
3.1.2.2 Difficultés de mesures..... 66
3.1.2.3 Interprétation des résultats : effets des paramètres du four..... 68
3.2 Les joints brasés avec les alliages à base nickel 72
3.2.1 La morphologie générale 72
3.2.2 Les zones d'interface et de diffusion 73
3.2.2.1 Zone A 76

3.2.2.2 Zones B et B' 78
3.2.3 La solution solide de γ-nickel 80
3.2.4 La zone multiphasée 82
3.2.4.1 Les phases simples ou composés définis 84
3.2.4.2 Les phases eutectiques 85
3.2.4.3 Les précipitations 87
3.3 Les joints brasés avec les alliages à base or 93
3.3.1 La morphologie générale 93
3.3.2 La zone d'interface 94
3.3.3 La zone centrale du joint 97
3.4 Les joints brasés avec l'alliage à base cuivre 99
3.4.1 Les zones d'interface et de diffusion 100
3.4.2 La zone centrale 103
3.5 Les joints brasés avec l'alliage à base argent 106
3.5.1 Les zones d'interface et de diffusion 107
3.5.2 La zone centrale 109

CHAPITRE 4 DISCUSSION 112
4.1 Solidification des alliages au nickel 113
4.2 Solidification des alliages à base d'or 118

CONCLUSION 122

ANNEXE I MATRICE DES ESSAIS DE MOUILLAGE 125

ANNEXE II MATRICES DES ESSAIS DE BRASAGE 126

ANNEXE III RECETTES DE BRASAGE 128

ANNEXE IV CHOIX DE PRÉSENTATION EN POURCENTAGE MASSIQUE ET MÉTHODE POUR OBTENIR UNE COMPOSITION CHIMIQUE 132

ANNEXE V MESURES DES DIAMÈTRES D'ÉTALEMENTS DES DIFFÉRENTS ALLIAGES DE BRASAGE 134

ANNEXE VI MESURES DES ANGLES DE MOUILLAGE DES DIFFÉRENTS ALLIAGES DE BRASAGE 135

ANNEXE VII RELEVÉS DES ANALYSES DE COMPOSITIONS CHIMIQUES DE L'ALLIAGE BNI-3 136

ANNEXE VIII RELEVÉS DES ANALYSES DE COMPOSITIONS CHIMIQUES DE L'ALLIAGE BNI-1A 141

ANNEXE IX RELEVÉS DES ANALYSES DE COMPOSITIONS CHIMIQUES DE L'ALLIAGE BNI-2 146

ANNEXE X RELEVÉS DES ANALYSES DE COMPOSITIONS CHIMIQUES DE L'ALLIAGE PALNICRO 36M 149

ANNEXE XI RELEVÉS DES ANALYSES DE COMPOSITIONS CHIMIQUES DE L'ALLIAGE BAU-4 153

ANNEXE XII RELEVÉS DES ANALYSES DE COMPOSITIONS CHIMIQUES DE L'ALLIAGE BAU-6 155

ANNEXE XIII RELEVÉS DES ANALYSES DE COMPOSITIONS CHIMIQUES DE L'ALLIAGE BCU-1 158

ANNEXE XIV RELEVÉS DES ANALYSES DE COMPOSITIONS CHIMIQUES DE L'ALLIAGE BAG-13A 161

ANNEXE XV MICROGRAPHIES OPTIQUES DES DIFFÉRENTS ALLIAGES DE BRASAGE 164

ANNEXE XVI AUGMENTATION DES ZONES D'INTERFACE B ET B' POUR BNI-2 ET BNI-3 172

BIBLIOGRAPHIE 173

LISTE DES TABLEAUX

Page

Tableau 1.1 Hauteur de joint recommandée pour un brasage optimal (AWS, 2007).....15

Tableau 1.2 Recommandations pour le brasage sous vide (AWS, 2007).....18

Tableau 1.3 Compositions en pourcentages massiques de l'Inconel 718 et de l'Inconel 625 (Donachie et Donachie, 2003) 19

Tableau 1.4 Températures de solidus et liquidus pour les alliages de brasage étudiés (AWS, 2007) 22

Tableau 1.5 Composition en pourcentages massiques du BNi-2 (AWS, 2007).....23

Tableau 1.6 Composition en pourcentages massiques du BNi-1a (AWS, 2007) 24

Tableau 1.7 Composition en pourcentages massiques du BNi-3 (AWS, 2007).....24

Tableau 1.8 Composition en pourcentages massiques du Palnicro 36M (issu du site : www.wesgometals.com) 25

Tableau 1.9 Composition en pourcentages massiques du BAu-4 (AWS, 2007) 26

Tableau 1.10 Composition, en pourcentages massiques, du BAu-6 (AWS, 2007) 26

Tableau 1.11 Composition en pourcentages massiques du BCu-1 (AWS, 2007) 27

Tableau 1.12 Composition en pourcentages massiques du BAg-13a (AWS, 2007) 27

Tableau 1.13 Températures de liquidus, de solidus et intervalle de température de brasage conseillé pour les alliages de brasage étudiés (AWS, 2007) 28

Tableau 1.14 Composition des différentes phases présentées à la figure 1.17 (Liaw et Shiue, 2005) 41

Tableau 2.1 Tableau récapitulatif des alliages de brasage et leur composition en pourcentage massique 52

Tableau 2.2 Températures de brasage des alliages de brasage 53

Tableau 2.3 Paramètres des attaques chimiques selon le métal d'apport 56

Tableau 3.1 Diamètres de l'étalement des brasures en cm.....63

Tableau 3.2 Angles de mouillage en degré à différentes pressions et températures d'introduction d'atmosphère 64

Tableau 3.3 Nombre de tests optimums pour les différentes conditions de four lors des essais de mouillage 69

Tableau 3.4 Relevés de compositions chimiques, en pourcentages massiques, des précipités de la zone A située dans la zone de diffusion, analysés au FEG et à l'EPMA (voir ANNEXES VII à X pour la suite des pointés et les images) 76

Tableau 3.5 Relevés des compositions chimiques des précipités, en pourcentages massiques, des zones B et B' situées à l'interface dans la zone de diffusion, analysés au FEG et à l'EPMA (voir ANNEXES VII à X pour la suite des pointés et les images) 79

Tableau 3.6 Relevé des compositions au FEG, en pourcentages massiques, de la phase solution-solide γ-nickel pour des joints brasés avec du BNi-1a, Palnicro 36M, BNi-2 et BNi-3 (voir ANNEXES VII à X pour la suite des pointés et les images) 81

Tableau 3.7 Tableau récapitulatif des différentes phases présentes dans la zone polyphasée des joints brasés réalisé à partir des analyses chimiques du FEG et de l'EPMA 83

Tableau 3.8 Relevés de compositions chimiques réalisés à la microsonde atomique, en pourcentages massiques, des composés définis pour Ni-B (voir ANNEXES VII à X pour la suite des pointés et les images) 85

Tableau 3.9 Relevés de compositions chimiques réalisés à la microsonde atomique, en pourcentages massiques, des précipités dans les alliages BNi-2 et BNi-1a (voir ANNEXES VII à X pour la suite des pointés et les images) 88

Tableau 3.10 Relevés des compositions chimiques FEG, en pourcentages massiques, des précipités d'un joint de Palnicro 36M brasé 15 min (voir ANNEXES VII à X pour la suite des pointés et les images) 89

Tableau 3.11 Relevés des compositions chimiques réalisées au FEG, en pourcentages massiques, des différents composés du composé B à l'interface d'un joint brasé avec du BAu-4 ou du BAu-6 (voir ANNEXES XI et XII pour la suite des pointés et les images) 94

Tableau 3.12 Relevés des compositions chimiques réalisées au FEG, en pourcentages massiques, des différents composés de la phase A au centre d'un joint brasé avec du BAu-4 ou du BAu-6 (voir ANNEXES XI et XII pour la suite des pointés et les images) 98

Tableau 3.13 Relevés des compositions chimiques FEG, en pourcentages massiques, de la zone d'interface d'un joint de BCu-1 brasé 15 minutes (voir ANNEXE XIII pour la suite des pointés et les images).....102

Tableau 3.14 Relevés de compositions chimiques réalisés au FEG du centre d'un joint de BCu-1 brasé 15 minutes (voir ANNEXES XIII pour la suite des pointés et les images).....105

Tableau 3.15 Relevés de compositions chimiques réalisés au FEG, en pourcentages massiques, de l'interface d'un joint de BAg-13a brasé 150 minutes (voir ANNEXE XIV pour la suite des pointés et les images).....108

Tableau 3.16 Relevés de compositions chimiques réalisés au FEG, en pourcentages massiques, de la zone eutectique d'un joint de BAg-13a brasé 150 minutes (voir ANNEXE XIV pour la suite des pointés et les images).....109

Tableau 4.1 Tableau de quelques points de transformation associés au diagramme de phase Ni-B-Si (Lebaili et Hamar-Thibault, 1987).....114

Tableau 4.2 Tableau présentant les compositions des différentes phases des joints à base nickel. S'il y a une croix, la précision de la mesure ne permet pas de déterminer une composition.....117

LISTE DES FIGURES

Page

Figure 1.1 Joint brasé à recouvrement (adapté de AWS, 2007) 4

Figure 1.2 Mouillage nul d'une goutte d'eau sur du Téflon (Quéré, 2003) 5

Figure 1.3 Répartition des tensions superficielles (Quéré, 2003) 6

Figure 1.4 Différents cas de mouillage : (A) Mouillage nul, (B) Mouillage partiel, (C) Mouillage parfait (adapté de AWS, 2007) 7

Figure 1.5 Principe d'une balance de mouillage (Adapté de la fiche technique de www.metronelec.com) 9

Figure 1.6 Différentes sortes de joints : par recouvrement, bord à bord et en biseau (adapté de AWS, 2007) 14

Figure 1.7 Impact de la hauteur du joint sur la résistance en traction de l'assemblage : aciers inoxydables brasés en bout à bout avec du BAg-1a (AWS, 2007) 16

Figure 1.8 Un exemple de cycle thermique classique (Yeh et Chuang, 1997) 30

Figure 1.9 Les zones eutectiques : (a) vue d'ensemble, (b) eutectiques binaires et (c) grossissement d'un eutectique ternaire (Turner, 2005) 32

Figure 1.10 Profil de microdureté dans un joint brasé avec du BNi-2 à 1050°C pendant 10 min et ayant un écartement final d'environ 160 µm (Turner, 2005) 33

Figure 1.11 Début d'eutectique ou zone MBC (Turner, 2005) 34

Figure 1.12 Joint brasé avec du BNi-3 (Ou et Shiue, 2003) 35

Figure 1.13 Image MEB d'un joint brasé avec une pâte nickel-palladium (Bose et al., 1986) 36

Figure 1.14 Comparaison de deux brasages au nickel-palladium : (a) temps de brasage 60 min et (b) temps de brasage 120 min - x600 (Lugscheider et Pelster, 1983) 37

Figure 1.15 Joint brasé avec la pâte BAu-4 : a) Image au MEB et b) schéma d'un demi-joint représentant la morphologie du joint (Nowacki, Danielewski et Filipek, 2004) 39

Figure 1.16 Diagramme de phase binaire Au-Ni (Okamoto et Massalski, 1991) 39

Figure 1.17 Images au MEB (a) en électrons secondaires et (b) en électrons rétrodiffusés du joint brasé avec la pâte BAu-6 (Liaw et Shiue, 2005).....40

Figure 1.18 Diagramme de phase pseudobinaire Au-Ni-Pd (Villars, Prince et Okamoto, 1995) 41

Figure 1.19 Images au MEB d'un joint brasé avec la pâte BCu-1 sur du 304 SS: (a) joint sur tout sa hauteur, (b) grossissement de l'interface (Madeni, Rodas et Liu, 2009).....42

Figure 1.20 Image au MEB de l'interface cuivre/304 SS : des défauts sont visibles à un grossissement de 4000 (Madeni, Rodas et Liu, 2009).....43

Figure 1.21 Diagramme de phases Ag-Cu (Subramanian et Perezko).....44

Figure 2.1 Dépôt de pâte sur la plaquette-échantillon avant brasage.....47

Figure 2.2 Montage en V des essais de brasage.....48

Figure 2.3 Bains contenant les solutions de nettoyage chimique.....49

Figure 2.4 Assemblage en V de deux plaquettes à l'aide d'un montage : (a) vue du montage avec les deux plaquettes et la cale et (b) montage soudé par les billes.....50

Figure 2.5 Régulateur pneumatique relié à une seringue permettant de déposer la pâte.....50

Figure 2.6 Échantillons assemblés et prêts à braser sur un support en graphite 51

Figure 2.7 Un des fours horizontaux de brasage sous vide de Pratt & Whitney Canada (Turner, 2005).....54

Figure 2.8 Images de binoculaire à gauche et de microscope optique à droite.....58

Figure 2.9 Impact du faisceau d'électrons sur l'échantillon produisant différentes émissions (adapté de Humpston et Jacobson, 1993).....59

Figure 2.10 Principe de l'analyse par détecteur EDS (Perrin, 2007) 60

Figure 3.1 Brasure BAg-13a présentant, après brasage : un cœur et deux couronnes périphériques.....65

Figure 3.2 Brasure BAu-4 présentant, après brasage, la formation de deux gouttes décalées.....65

Figure 3.3 Image d'un angle de mouillage facile à observer et à mesurer (BCu-1).....66

Figure 3.4 Image d'un angle de mouillage peu visible qui nécessite l'usage d'artifices pour la mesure (BAu-6) 67

Figure 3.5 Étalement important et irrégulier du BAg-13a 67

Figure 3.6 Différence importante entre l'angle de mouillage à gauche (a) et celui à droite (b) (BAg-13a) 68

Figure 3.7 Angles (a) et étalements (b) de mouillage pour Palnicro 36M 70

Figure 3.8 Étalements et angles de mouillage BNi-2 71

Figure 3.9 Images MEB en mode BSE décrivant les différentes composantes de joints brasés 150 minutes (a) BNi-2 et (b) Palnicro 36M 72

Figure 3.10 Profil de composition FEG de l'interface d'un joint Palnicro 36M brasé 15 minutes sur de l'Inconel 625 montrant l'importante dissolution/diffusion entre le métal de base et le joint mise en évidence par les pentes de transition relativement douces entre les deux domaines.....74

Figure 3.11 Images FEG en BSE des interfaces et zones de diffusion des alliages (a) BNi-2 et (b) BNi-1a tous deux brasés 150 minutes 75

Figure 3.12 Image FEG en BSE de la zone B' d'un joint de BNi-2 brasé 150 minutes ..75

Figure 3.13 Image FEG en BSE de la zone de précipitation A possédant un contraste clair à l'interface d'un joint BNi-1a brasé 150 minutes.....76

Figure 3.14 Image EPMA en mode BSE montrant les deux types différents de précipités dans la zone A à l'interface d'un joint de BNi-3 brasé 150 minutes 77

Figure 3.15 Cartographies EPMA du bore dans des joints brasés (a) BNi-2 pendant 150 minutes et (b) Palnicro 36M pendant 15 minutes montrant que la zone A marque la fin de la diffusion du bore dans le métal de base 78

Figure 3.16 Image FEG en mode BSE des zones B et B' au niveau de l'interface d'un joint BNi-3 brasé 150 minutes 79

Figure 3.17 Images MEB en BSE des différentes couches de solution solide γ-nickel pour des joints brasés 15 minutes (a) BNi-2, (b) BNi-3, (c) Palnicro 36M et (d) BNi-1a 81

Figure 3.18 Image FEG en mode BSE de la zone multiphasée d'un joint de BNi-2 brasé 150 minutes 82

Figure 3.19 Cartographies EPMA des éléments bore et silicium pour les alliages de brasage BNi-3, brasé 150 minutes (a et b) et Palnicro 36M, brasé 15 minutes (c et d) montrant la non-compatibilité entre le bore et le silicium ...84

Figure 3.20 Image FEG en BSE d'une phase eutectique appartenant au joint BNi-3 brasé 150 minutes montrant la faible dimension des zones eutectiques 86

Figure 3.21 Images MEB en BSE de précipités situés aux grands écartements dans les alliages (a) BNi-1a (grossissement x500) et (b) BNi-2 (grossissement x180), tous deux brasés 150 minutes 87

Figure 3.22 Images FEG en BSE des fins précipités (a) au niveau de la phase eutectique (b) dans l'alliage Palnicro 36M brasé 15 minutes 88

Figure 3.23 Cartographies EPMA d'une partie de la figure 3.22 (b) : a) image BSE, cartes pour les éléments b) bore, c) chrome, d) palladium et e) silicium dans un joint de Palnicro 36M brasé 15 minutes montrant la présence de bore et de chrome dans les précipités fins situés dans la zone eutectique 90

Figure 3.24 Image FEG en mode BSE de la précipitation dans la phase γ-nickel d'un joint de BNi-1a brasé 150 minutes.....91

Figure 3.25 (a) Image MEB en mode BSE de la précipitation sous forme de filaments dans la phase γ-nickel du BNi-3 brasé 15 minutes et (b) Image MEB d'une précipitation similaire dans une phase nommée δ (Lebaili et Hamar-Thibault, 1987).....91

Figure 3.26 Cartographies EPMA de la zone de précipitations dans un joint de BNi-3 brasé 150 minutes montrant la concentration en silicium proche de la zone eutectique et l'absence de bore dans la zone de précipitation 92

Figure 3.27 Images MEB en mode BSE de l'ensemble de deux joints brasés (a) BAu-6, 15 minutes x600 et (b) BAu-4, 150 minutes x450 93

Figure 3.28 Image FEG en mode SE de la zone d'interface d'un joint de BAu-6 brasé 150 minutes montrant le composé B et ses fines lamelles et l'interface entre le métal de base et le composé B libre de tout précipité 94

Figure 3.29 Cartographies FEG de la présence d'or à l'interface (a) d'un joint de BAu-4 brasé 15 minutes et (b) d'un joint BAu-6 brasé 150 minutes, montrant la non-diffusion de l'or dans le métal de base 95

Figure 3.30 Profil de composition FEG montrant la dissolution du métal de base dans un joint de BAu-6 brasé 150 minutes 96

Figure 3.31 Image FEG en mode BSE de la zone centrale d'un joint brasé BAu-4 brasé 15 minutes montrant la très fine structure en lamelle du composé A ..98

Figure 3.32 Image MEB en mode BSE montrant les différentes caractéristiques d'un joint de BCu-1 brasé 150 minutes....99

Figure 3.33 Cartes FEG montrant la dissolution importante du métal de base et la diffusion du cuivre dans le métal de base dans un joint de BCu-1 brasé 15 minutes....101

Figure 3.34 Profil de compositions FEG montrant la dissolution importante du métal de base et la diffusion du cuivre dans le métal de base dans un joint de BCu-1 brasé 15 minutes....101

Figure 3.35 Diagramme de phase ternaire Cr-Mo-Ni dont la phase A correspond à la composition des précipités de l'interface d'un joint de BCu-1 (Gupta, 1990)....103

Figure 3.36 Image FEG en mode BSE du centre d'un joint de BCu-1 brasé 15 minutes montrant un composé plus foncé au milieu de la solution solide de cuivre 104

Figure 3.37 Diagramme de phases Cu-Ni montrant la miscibilité totale entre le Cu et Ni (Chakrabarti et al., 1991)....104

Figure 3.38 Image MEB en mode BSE montrant la taille des grains de la solution solide de cuivre d'un joint de BCu-1 brasé 15 minutes....105

Figure 3.39 Image FEG en mode SE de l'ensemble d'un joint de BAg-13a brasé 15 minutes....106

Figure 3.40 Image FEG en mode BSE et cartographie FEG de l'interface d'un joint de BAg-13a brasé 150 minutes....108

Figure 3.41 Images FEG en mode BSE montrant la microstructure hypereutectique d'un joint de BAg-13a brasé 150 minutes....109

Figure 3.42 Diagramme de phases Ag-Cu indiquant la composition de l'alliage de brasage BAg-13a, un alliage hypereutectique (Subramanian et Perezko)..110

Figure 3.43 Image FEG d'un joint de BAg-13a brasé 150 minutes montrant la disposition particulière de l'eutectique dans certains endroits....111

Figure 4.1 Projection du liquidus du système ternaire Ni-Si-B avec les points invariants a, b et c (Lebaili et Hamar-Thibault, 1987)....115

Figure 4.2 Image FEG de précpités Cr-B d'un joint de BNi-1a brasé 150 minutes....116

Figure 4.3 Image MEB d'un joint de BAu-4 brasé 150 minutes montrant la disposition des différentes phases dans le joint....118

Figure 4.4 Diagramme de phases binaire Au-Ni avec le chemin parcouru lors du brasage d'un alliage BAu-4 par la phase riche en or (Okamoto et Massalski, 1991) 120

Figure 4.5 Images prises au microscope optique montrant un début de coalescence de la phase centrale dans un joint de BAu-6 brasé (a) 15 minutes (grossissement x500) et (b) 150 minutes (grossissement x 200) 121

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

304 SS	304 Stainless Steel
AISI	American Iron and Steel Institute
AMS	American Material Specifications
AWS	American Welding Society
BNi-2	Désignation de l'AWS pour les alliages de brasage, ici il s'agit d'un brasage à base de nickel
BSE	Backscattered electrons (Électrons rétrodiffusés)
CPW	Spécifications internes à Pratt & Whitney Canada
EPMA	Electron probe microanalyzer (Microsonde atomique)
FEG	Field Emission Gun (type source pour un microscope électronique à balayage)
IN718/IN625	Inconel 718 et Inconel 625
LS	Profil de composition (type d'analyse au microscope électronique à balayage)
MBC	Maximum Brazing Clearance
MdB	Métal de Base
MEB	Microscope Électronique à Balayages (SEM en anglais)
PWC	Pratt & Whitney Canada
SE	Secondary electrons (Électrons secondaires)

Désignations des alliages de brasage et leurs équivalences

AWS	**AMS**	**P&WC**
BNi-1a	AMS4776	CPW494
BNi-2	AMS4777	LCPMC72004
BNi-3	AMS4778	LCPMC72005
Palnicro36M		CPW475
BAu-4	AMS4787	LCPMC72002
BAu-6	AMS4786	LCPMC72062
BCu-1	AMS4701	LCPMC72003
BAg-13a	AMS4765	CPW296

INTRODUCTION

Les superalliages sont des matériaux qui ont été développés récemment, dans les années 1950. Il s'agit d'alliages possédant dans leur composition une majorité de nickel ou de cobalt. Grâce à leurs propriétés remarquables telles le maintien de toutes ou d'une partie de leurs caractéristiques mécaniques à haute température, ils sont devenus très populaires en particulier dans le domaine de l'aéronautique. Ces alliages ont ainsi permis le développement des turbines, des turboréacteurs et d'autres types de propulsion, par exemple.

Puisqu'il s'agit d'un nouveau genre d'alliages métalliques, les procédés de mise en forme et les techniques d'assemblage ont dû évoluer voire même être créé pour s'y adapter au mieux. Le brasage fait partie de ces procédés qui ont dû évoluer. Le brasage est une technique ancestrale permettant l'assemblage de deux métaux à l'aide d'un troisième, nommé brasure ou métal d'apport. Par exemple, dans le cadre du brasage, de nouvelles brasures sont apparues pour répondre aux exigences du brasage de superalliages que sont le maintien des propriétés mécaniques à haute température, la résistance à la corrosion sur une vaste gamme de températures ou encore la résistance à d'importantes contraintes mécaniques, tout en remplissant leur fonction principale, l'assemblage de deux pièces. Bien qu'elles remplissent tous ces critères, les nouvelles brasures sont assez méconnues, tant dans leur comportement mécanique que dans leur aspect microstructural. Or ces informations sont primordiales si l'on souhaite faire évoluer ces brasures et améliorer la qualité et les performances du procédé de brasage de superalliages. De plus, les études menées précédemment sont trop éloignées de la réalité industrielle dans laquelle sont fabriqués les moteurs et les turboréacteurs.

Cette étude s'est donc penchée sur l'aspect microstructural des joints brasés ayant pour métal de base un superalliage. Ces joints auront été brasés selon les standards, les matériaux et les outillages de la compagnie Pratt & Whitney Canada, répondant ainsi aux exigences de la production de moteurs. De façon plus précise, les brasages ont été réalisés avec les brasures suivantes : BCu-1, BAg-13a, BAu-4, BAu-6, BNi-1a, BNi-2, BNi-3 et Palnicro 36M. Toutes ces brasures sont utilisées par Pratt & Whitney Canada dans le cadre de la production en

série. Certaines de ces brasures ont une microstructure complètement inconnue, d'autres sont très complexes avec, par exemple, des zones eutectiques, des composés intermétalliques, des précipités dont il est souhaitable de connaître parfaitement l'évolution pour prédire les comportements mécaniques des pièces lors de leur service.

Dans un premier temps, une revue de littérature regroupant des données sur le brasage en général ou dans le contexte plus particulier de l'étude est présentée au chapitre 1. Le lecteur y trouvera les notions importantes concernant le brasage : paramètres, outillages, critères, ... mais aussi sur les superalliages et le brasage. A propos des alliages de brasage cités ci-dessus ou d'alliages voisins, en particulier le BNi-2 très présent dans la littérature contrairement aux autres, différents concepts sont également exposés dans ce chapitre. Cette étude s'est construite en partie sur ces études, qui ont servi de point de départ et de point de référence.

Les plans d'expériences des essais réalisés dans cette étude sont détaillés dans le chapitre 2. Ce chapitre retrace également la procédure expérimentale qui a été suivie pour obtenir les échantillons d'observation de la microstructure, comme par exemple le choix du montage de brasage ou celui du type d'outillage, ainsi que leur justification dans la majorité des cas. Les moyens d'analyses mis en œuvre pour caractériser les joints brasés sont aussi présentés dans cette partie de l'étude.

Les résultats obtenus à la suite des essais et après analyses des échantillons sont exposés en détail au chapitre 3. Les résultats sont présentés selon le type d'essais. Les microstructures sont ensuite identifiées et expliquées selon la famille, ou catégorie de la brasure. Les analyses débouchent alors sur le quatrième chapitre dans lequel sont discutées la formation et la solidification des différentes phases des pâtes à braser à base d'or et à base de nickel. Les autres pâtes soulèvent pas ou peu de difficultés de compréhension à ce niveau.

CHAPITRE 1

REVUE DE LITTERATURE

1.1 Le brasage - Principes

Le brasage est un procédé d'assemblage qui remonte à des temps anciens. Il est même, semble-t-il, le plus vieux procédé d'assemblage. Il était alors pratiqué comme un art. Les premiers à avoir eu des connaissances en métallurgie sont les Sumériens des régions du Tigre et de l'Euphrate. Dès 3400 av JC, ils utilisent de façon régulière le brasage pour joindre l'or et l'argent (AWS, 2007). Depuis le procédé n'a cessé d'évoluer et de s'améliorer : de nouveaux matériaux, de nouvelles sources de chaleur et de nouveaux processus plus performants ne cessent d'apparaître. Par exemple l'introduction de fours à atmosphère pour braser date des années 1920. De nos jours, le brasage est un procédé très employé dans l'industrie car largement automatisé et possédant une vaste gamme de possibilités lui permettant l'assemblage de la quasi-totalité des métaux et même certaines céramiques.

Il faut faire attention à ne pas mélanger les termes « soudage » et « brasage » même s'ils ont beaucoup en commun. La définition du brasage fort (ou *brazing*) donnée par l'American Welding Society (AWS) est la suivante : « est appelé brasage (*brazing*) tout procédé d'assemblage qui crée une coalescence entre des matériaux en les chauffant à une température dite de brasage en présence d'un métal d'apport. Cette température doit être inférieure au solidus des matériaux de base mais supérieure au liquidus du métal d'apport qui doit être lui-même supérieur à 450°C (842°F) ». Il est important de préciser qu'une coalescence est, selon (Le grand dictionnaire terminologique), « l'action conduisant des particules […] à s'unir en particules plus volumineuses ». La définition du brasage sous-entend donc que le métal d'apport mouille les surfaces, se répand le long du joint grâce aux forces de capillarité et enfin se diffuse dans le métal de base (Figure 1.1). En définitive, seule la brasure est à l'état liquide lors du procédé de brasage : en aucun cas le métal de base fond contrairement au soudage où une partie du métal de base entre également en fusion. Autre

distinction importante entre le brasage et le soudage : dans le processus de soudage l'adjonction d'un métal d'apport n'est pas nécessaire. La définition de l'AWS contient une autre information primordiale : le liquidus du métal d'apport doit être supérieur à 450°C. Dans le cas contraire, on parle de brasage tendre (ou *soldering*).

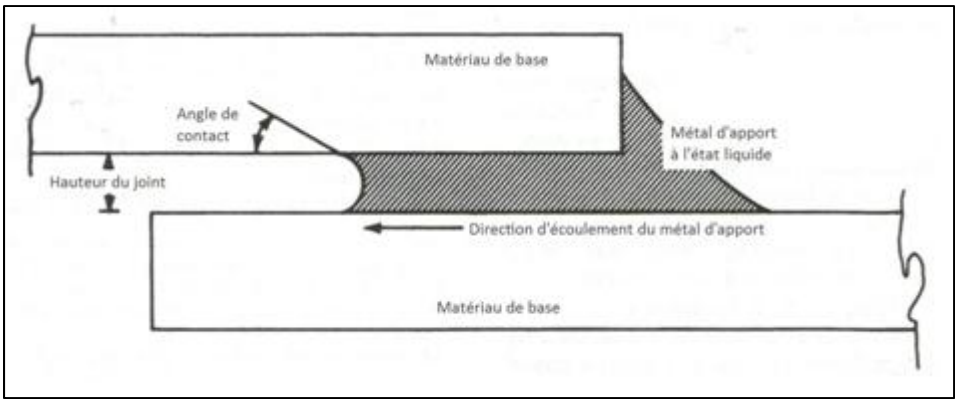


Figure 1.1 Joint brasé à recouvrement
(adapté de AWS, 2007)

Le brasage fait intervenir des mécanismes physiques qui, de nos jours encore, ne sont pas totalement compris. Des paragraphes particuliers sont d'ailleurs consacrés à ces phénomènes que sont le mouillage, la capillarité ou encore la diffusion. Cependant, ces phénomènes, qui sont au cœur du procédé de brasage, peuvent être contrôlés en agissant à certaines étapes du brasage comme par exemple lors de la préparation de surfaces, de la conception, ou encore lors du pré-assemblage du montage.

Lors du brasage, les propriétés futures du joint sont déterminées par le choix des cinq éléments primordiaux que sont :

- la conception (type de joint, sa géométrie, …),
- la source de chaleur (four, flammes, induction, …),
- la protection (flux, atmosphères, …),
- le matériau de base,
- le métal d'apport.

Ces choix vont en plus jouer un rôle important dans le coût du brasage.

Avant de développer les aspects du brasage spécifiques à notre étude dans les paragraphes 3, 4, 5, 6 et 7, nous allons exposer les mécanismes physiques intervenant dans le processus de brasage dans le paragraphe 2. En dernier lieu, nous aborderons dans le paragraphe 8, l'aspect microstructural du joint brasé qui est le but de l'étude présentée ici.

1.2 Les principaux phénomènes physiques du brasage

1.2.1 Le mouillage et les forces de capillarité

1.2.1.1 Mouillage

Lorsqu'on dépose un peu de liquide sur une table, trois comportements différents sont observés (AWS, 2007; Quéré, 2003) :

- soit le liquide s'amincit jusqu'à s'étaler complètement au point de disparaître de la vue : on parle de mouillage total,
- soit le liquide s'étale en partie et forme une goutte sur la surface : on parle de mouillage partiel,
- soit le liquide ne s'étale pas et va même jusqu'à former une goutte sphérique presque parfaite : on parle de mouillage nul (Figure 1.2). Le mercure mouille très peu par exemple.

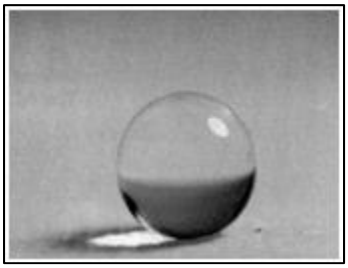


Figure 1.2 Mouillage nul d'une goutte d'eau sur du Téflon
(Quéré, 2003)

Le comportement d'un liquide sur une surface va être déterminé par sa capacité à épouser cette surface. Pour caractériser cette capacité à l'étalement d'un liquide, les scientifiques mesurent l'angle de contact θ : il s'agit de l'angle avec lequel le liquide rejoint le solide. Cet angle est dépendant de trois tensions superficielles γ (Figure 1.3) existant entre les différentes interfaces (solide-liquide, solide-vapeur et liquide-vapeur). Ces tensions superficielles sont en équilibre donc on peut écrire :

$$\overrightarrow{\gamma_{SV}} + \overrightarrow{\gamma_{LV}} + \overrightarrow{\gamma_{SL}} = \vec{0} \tag{1.1}$$

En projection sur l'axe horizontal :

$$\gamma_{SV} = \gamma_{LV} . \cos\theta + \gamma_{SL} \tag{1.2}$$

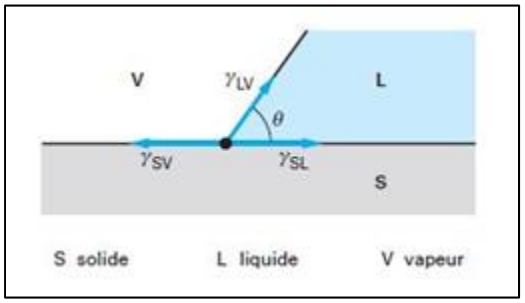


Figure 1.3 Répartition des tensions superficielles
(Quéré, 2003)

On en déduit alors la relation Young (ou Young-Dupré) sur l'angle de contact :

$$\cos\theta = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}} \tag{1.3}$$

Dans la pratique on considère que le mouillage est nul si θ>90° et le mouillage parfait si θ est proche de 0°. Dans le cas du brasage, un angle entre 10 et 45° est recommandé (AWS, 2007). Un angle de mouillage trop proche de 0° n'est pas conseillé car alors il est difficile de retenir le métal d'apport dans le joint (Figure 1.4).

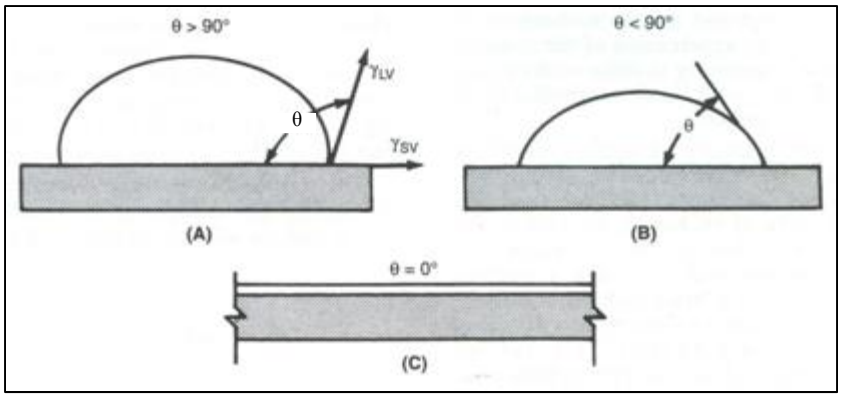


Figure 1.4 Différents cas de mouillage : (A) Mouillage nul, (B) Mouillage partiel, (C) Mouillage parfait
(adapté de AWS, 2007)

L'angle de mouillage lors du brasage va être influencé par la géométrie du joint, les réactions chimiques entre le métal d'apport et le métal de base, les impuretés du substrat. Parmi les impuretés, on trouve les oxydes qui se sont formés à la surface du substrat. Ces oxydes peuvent fortement diminuer la capacité de mouillage du métal d'apport et ainsi empêcher le remplissage complet du joint. C'est pourquoi, avant une opération de brasage l'étape de préparation de surface est cruciale et focalise beaucoup d'efforts.

Certaines actions peuvent conduire à l'amélioration du mouillage comme une augmentation de la température de brasage. Par exemple, pour une augmentation de 100°C (1100°C à 1200°C), l'angle de mouillage passe de 35-40° à 0°-10° dans le cas d'un test de mouillage de Ni-Si sur des alliages de nickel (Liu et al., 2009). Cependant des précautions sont à prendre car une augmentation de température peut être nuisible à certains autres aspects du brasage (spécialement sur un plan métallurgique comme un grossissement des grains du métal de base) (AWS, 2007). L'atmosphère et les flux (mélange de produits appliqué sur l'assemblage au moment du brasage) utilisés lors du brasage peuvent aussi aider le métal d'apport à mieux mouiller la surface. En effet, ils peuvent limiter les effets de l'oxydation de la surface du substrat voire même empêcher leur reformation après un traitement de préparation de surface (AWS, 2007).

1.2.1.2 Mesure de l'angle de mouillage

Le mouillage d'un matériau sur un substrat dépend de nombreux paramètres mais avant tout des matériaux mis en présence. Le nombre de combinaisons possibles étant important, il arrive souvent de ne pas trouver les données souhaitées pour un cas en particulier. Par conséquent, il est parfois utile de faire des tests de mouillabilité soi-même. Plusieurs méthodes ou tests existent pour mesurer l'angle de mouillage.

La première méthode est ce que l'on appelle le test de la goutte : une simple goutte est déposée sur le métal de base. Le dépôt de la goutte peut se faire de façon plus ou moins sophistiquée allant jusqu'au dépôt via un goutte à goutte au microscope (Protsenko et al., 2001). L'angle formé par cette goutte est ensuite mesuré à l'aide d'un microscope et d'un logiciel d'analyse d'images. La précision de cette méthode est ± 2° (Liu et al., 2009). Cependant cette méthode comporte un défaut : elle ne mesure que l'angle « apparent » du contact liquide-métal. En effet, lors du mouillage des interactions apparaissent entre le métal d'apport et le substrat tel que la diffusion : une zone de diffusion se crée entre les deux matériaux et ainsi l'interface réelle solide-liquide est dans le métal de base (Liu et al., 2009).

La balance de mouillage, une autre méthode de mesure de l'angle de mouillage, évite cet inconvénient. Par contre la méthode est plus complexe à mettre en œuvre. Cela consiste à suspendre un morceau de substrat à un capteur de force puis de plonger ce substrat dans le métal d'apport en fusion. Le capteur enregistre les variations de la poussée d'Archimède du liquide exercée sur le substrat. On obtient une courbe de la force en fonction temps (Figure 1.5) qui nous permet de connaître la force maximale (e) nécessaire pour retirer le substrat du métal fondu. L'angle de contact est donné par la relation suivante, résultant d'un bilan des forces exercées sur le substrat suspendu :

$$F_{max} = L.\gamma_{LV}\cos\theta - \rho_b.g.V_d \qquad (1.4)$$

avec L : périmètre de la base du substrat en m, γ_{LV} : tension de surface liquide-vapeur en N/m, ρ_b : masse volumique du métal d'apport en kg/m^3, g : accélération gravitationnelle en m/s^2 et V_d : volume déplacé de fluide en m^3. Il faudra cependant bien faire attention à ce que la mesure ait une bonne répétabilité (Humpston et Jacobson, 1993; Solomon, Delair et Thyssen, 2003).

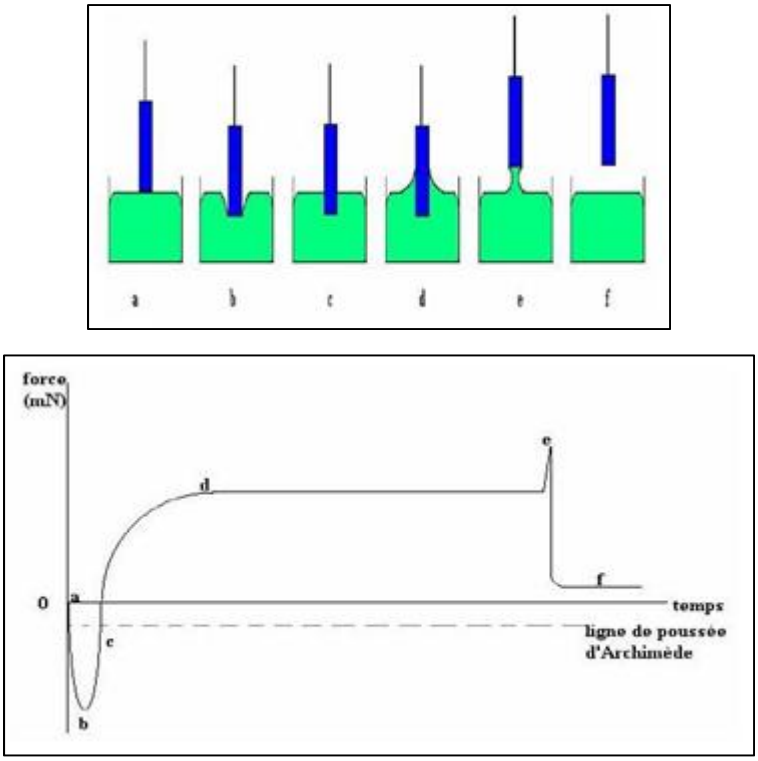


Figure 1.5 Principe d'une balance de mouillage
(Adapté de la fiche technique de www.metronelec.com)

1.2.1.3 Capillarité

Le processus de brasage se poursuit, après le mouillage, par un étalement de la brasure le long du joint jusqu'au remplissage complet du joint : ce phénomène est appelé la capillarité. La capillarité est un mécanisme physique très complexe mais un exemple assez simple permet de comprendre sa puissance : le fait de mettre en contact un tube de faible rayon avec un liquide mouillant suffit à ce que celui-ci s'élève dans le tube jusqu'à l'équilibre des différentes forces agissant ici soit la gravité, la capillarité et les frottements (AWS, 2007;

Quéré, 2003). La force de capillarité peut parfois, comme c'est le cas dans l'exemple, être plus importante que la force gravitationnelle (Quéré, 2003; Schwartz, 1987). Un joint se remplit de la même façon que le tube à faible rayon de l'exemple. Il est important de préciser que le mouillage et la capillarité sont deux mécanismes physiques distincts mais la capillarité ne peut avoir lieu que s'il y a eu mouillage des surfaces (Schwartz, 1987).

L'expérience a montré que les forces de capillarité étaient influencées par la préparation de surface (rugosité du substrat), la viscosité et la densité de la brasure et la géométrie du joint. La distance d'étalement du métal augmente si la hauteur du joint diminue. Par contre, sa vitesse d'écoulement va diminuer. La viscosité influence aussi l'écoulement du fluide dans le joint : les brasures ayant une composition proche de l'eutectique ou avec un faible écart liquidus-solidus ont en général une viscosité plus faible et donc un meilleur écoulement que celles avec un large domaine de solidification (Schwartz, 1987). Comme le mouillage, l'écoulement peut être gêné par les interactions entre le substrat et le métal d'apport : formation d'un alliage entre le liquide et le métal de base, dissolution du métal de base vers la brasure, diffusion du métal d'apport vers le substrat, pénétration du métal d'apport dans les joints de grains du métal de base, érosion et enfin formation d'intermétalliques (AWS, 2007; Schwartz, 1987).

Pour récapituler les deux paragraphes précédents, dans le cas du brasage, le métal d'apport doit avoir une grande tension superficielle, un petit angle de contact à l'interface solide-liquide pour un bon mouillage et une faible viscosité pour que la force de capillarité soit grande (Schwartz, 1987).

1.2.2 Les principes de diffusion et de dissolution

La diffusion et la dissolution sont des principes physiques omniprésents dans tout procédé de brasage. Ce sont des phénomènes complexes qui sont reliés au mouvement des atomes au sein d'un ensemble solide, liquide ou gazeux. Ils ont lieu une fois que la brasure a rempli le joint. Dans le cadre du brasage, la différence entre la dissolution et la diffusion est un sens de

propagation différent : la diffusion permet aux atomes d'aller vers le métal de base et la dissolution, d'aller vers le métal d'apport.

1.2.2.1 Loi de Fick

Parmi les interactions existantes entre le métal de base et le métal d'apport, on trouve la diffusion et l'érosion. Les bases de la diffusion ont été posées en 1855 par Fick mais les progrès dans ce domaine n'ont été réalisés qu'à partir de 1950 avec l'apparition de nouveaux appareils d'analyses. La diffusion à l'état solide correspond aux sauts effectués par les atomes pour se déplacer vers les défauts du solide. Ce phénomène est régi par deux lois appelées lois de Fick (Guiraldenq, 1994) :

- La première loi caractérise le flux d'atomes (J) se déplaçant en régime permanent. Elle montre l'évolution du système d'atomes qui tend vers un état plus homogène. Pour une direction x, elle s'exprime :

$$j = -D\frac{\partial c}{\partial x} \tag{1.5}$$

avec D, coefficient de diffusion en $m^2.s^{-1}$ et c, concentration d'atomes

Le coefficient de diffusion D ne contient aucune information concernant les atomes migrants. Il est simplement lié à l'agitation des atomes. Il est dépendant de la température du système et suit une loi d'Arrhenius (Guiraldenq, 1994) :

$$D = D_0.e^{-\frac{Q}{RT}} \tag{1.6}$$

avec D_0 : facteur de fréquence, correspond au coefficient de diffusion pour une température infinie, Q : énergie d'activation du phénomène de diffusion en $J.mol^{-1}$, T : température absolue de diffusion en K et R : constante des gaz parfaits en $J.K^{-1}.mol^{-1}$.

- La seconde loi est beaucoup plus complexe puisqu'elle décrit le régime transitoire du flux de diffusion.

Ces équations sont différentes pour chaque nature d'atomes. Ainsi, si le métal d'apport est composé de quatre éléments chimiques, il faudra quatre équations pour suivre la diffusion de chacun. Il faut également connaître les coefficients de diffusion de chaque élément dans le métal de base employé : si le milieu change (autre métal de base), le coefficient change. Le système se complexifie alors grandement, d'autant plus si l'on considère qu'il y a diffusion lorsque la brasure est à l'état liquide. Il ne nous est alors pas possible dans cette étude de suivre mathématiquement, la diffusion et la dissolution entre le métal d'apport et le métal de base. Une étude devrait leur être consacrée exclusivement. Nous constaterons simplement la présence et la quantité des éléments dans le métal de base ou dans la brasure.

1.2.2.2 La diffusion dans le cadre du brasage

Dans le cas du brasage, on peut observer à l'interface métal de base/métal d'apport trois sortes de déplacements des atomes. Il s'agit de trois mécanismes différents de diffusion (ces mécanismes sont également valables pour la dissolution) :

- Une diffusion interstitielle : elle concerne les atomes de petit rayon comme le bore, le carbone et le silicium (dans une moindre mesure que les autres). Ils diffusent dans le métal de base le long des joints de grains. C'est le mécanisme de diffusion le plus fréquent car il ne nécessite pas de lacune dans le réseau cristallin du substrat pour avoir lieu, le joint de grain étant un défaut de grande dimension. Il est d'autant plus fréquent qu'il apparaît souvent à une température inférieure à celles des autres mécanismes (Guiraldenq, 1994; Schwartz, 1987).
- Une diffusion lacunaire : elle concerne la quasi-totalité des atomes, peu importe leur masse et leur rayon atomique. Aux vues des importants rayons atomiques des atomes qui peuvent intervenir, elle a besoin de la présence de lacunes pour se faire. La diffusion lacunaire se fait donc moins rapidement que la diffusion interstitielle. Par contre, les

atomes, jouant un rôle de substitution entrent dans le réseau cristallin des grains du métal de base et ne restent pas seulement à la périphérie. En général, il s'agit des atomes de nickel, de chrome et de silicium qui forment ensuite aux interfaces avec le substrat des solutions solides complexes (Guiraldenq, 1994; Schwartz, 1987).

- Une diffusion faisant suite à une rapide diffusion interstitielle aux joints de grains : les atomes qui ont diffusé aux joints de grains migrent ensuite vers le réseau cristallin des grains du métal de base. Cette diffusion n'a pas lieu souvent et à plus de chances d'apparaître lors d'un vieillissement ou d'une surchauffe (Schwartz, 1987).

1.2.2.3 Erosion

L'érosion est un phénomène causé par une dissolution excessive du métal de base dans le métal d'apport. Une dissolution importante du métal de base dans la brasure liquide peut augmenter sa fluidité en rapprochant sa composition de la composition eutectique, la brasure plus fluide provoque alors une érosion du métal de base (Roberts, 2004). L'érosion est considérée comme une agression de la brasure envers le métal de base. Ce phénomène réduit l'épaisseur effective du substrat ce qui peut avoir des conséquences dans le cas de substrats fins ou de structures en nid d'abeilles. Dans certains cas, la diffusion et la dissolution contrôlées peuvent être bénéfiques : elles peuvent renforcer la cohésion de la liaison métal d'apport/métal de base et apporter une amélioration de la résistance mécanique. Les éléments des brasures qui sont le plus agressifs sont ceux qui diffusent le plus rapidement donc : bore, carbone et silicium (Schwartz, 1987).

L'action agressive de ces phénomènes peut être minimisée en réalisant des placages au nickel qui servent alors de barrière au moment opportun sans toutefois mettre en péril le brasage, ou encore en contrôlant la quantité du métal d'apport placée dans le joint car une quantité excessive favorise l'érosion (Schwartz, 1987). Dans le cas de superalliages utilisés pour des applications à haute température et à fortes contraintes, l'utilisation de métal d'apport ayant une forte diffusion est conseillée (Schwartz, 1987). La diffusion permet aussi d'empêcher la formation des composés intermétalliques (voir explications au paragraphe 1.8).

1.3 Le joint

La conception du joint va être une étape importante du brasage. Ces choix vont se faire en fonction principalement du métal de base, du métal d'apport et de leurs interactions ainsi que de la résistance mécanique souhaitée pour l'assemblage brasé.

1.3.1 Différents types de joints

La sélection du type de joint va être influencée par le procédé de brasage, le nombre de pièces à assembler, la forme du métal d'apport (par exemple s'il s'agit d'une feuille, il va falloir la placer dans le joint pendant l'assemblage des pièces alors qu'un fil sera inséré juste avant le brasage), la forme des pièces à assembler, le futur emploi de l'assemblage… Les deux principales sortes de joints sont les joints à recouvrement (la distance de recouvrement est un paramètre important de la géométrie du joint) et les joints bord à bord (Figure 1.6). On peut trouver aussi des joints en biseau ce qui permet d'augmenter la section en contact entre les deux parties sans toutefois augmenter l'épaisseur de l'ensemble, ils sont cependant difficiles à mettre en œuvre (AWS, 2007; Schwartz, 1987).

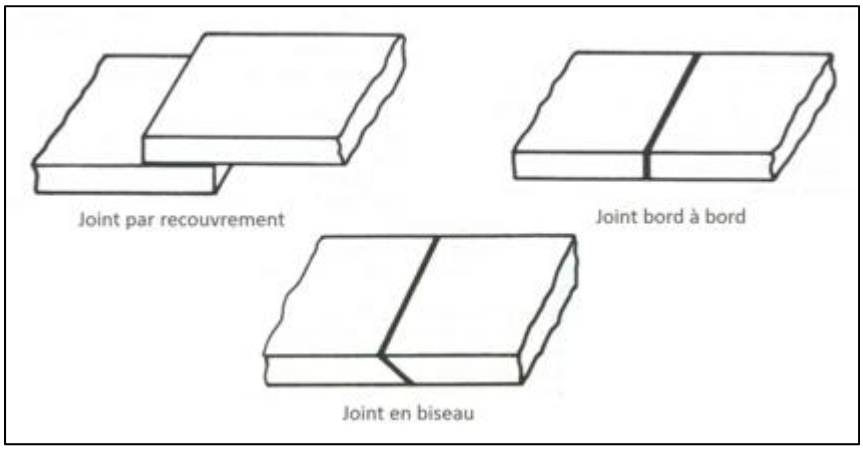


Figure 1.6 Différentes sortes de joints : par recouvrement, bord à bord et en biseau (adapté de AWS, 2007)

1.3.2 La hauteur du joint

Il s'agit du paramètre le plus important à déterminer lors de la conception d'un joint brasé : il a un grand rôle à jouer dans la qualité du brasage. Il va également influencer de nombreux phénomènes par la suite comme la capillarité, la solidification et donc la microstructure, la résistance à la rupture,… En règle générale, plus la hauteur est petite, mieux c'est pour le joint : les forces de capillarité seront plus importantes et le risque de discontinuités ou de poches de vide dans le joint est diminué (Schwartz, 1987). Un compromis doit être fait entre la hauteur et la longueur (AWS, 2007).

Il est important de préciser que lorsqu'on parle de hauteur de joint, il s'agit de la hauteur de joint qui devra être effective à température de brasage : il faut prendre en compte les coefficients de dilatation thermique des matériaux. Par conséquent, les choses se compliquent lorsque deux matériaux différents doivent être réunis (Schwartz, 1987).
Le tableau ci-dessus (Tableau 1.1) indique les hauteurs, à température de brasage, recommandées par l'AWS pour différents alliages de brasage utilisés dans la suite de l'étude :

Tableau 1.1 Hauteur de joint recommandée pour un brasage optimal (AWS, 2007)

Métal d'apport	**Hauteur de joint recommandée en mm**
BAg	0,025-0,127 mm (0.001-0.005 po) Pour brasage sous flux 0,0-0,051 mm (0.0-0.002 po) Pour brasage sous atmosphère
BCu	0,0-0,051 mm (0.0-0.002 po) Pour brasage sous atmosphère
BAu	0,051-0,127 mm (0.002-0.005 po) Pour brasage sous flux 0,0-0,051 mm (0.0-0.002po) Pour brasage sous atmosphère
BNi	0,051-0,127 mm (0.002-0.005 po) Pour brasage en général (atmosphère ou flux) 0,0-0,051 mm (0.0-0.002 po) Pour brasage sous atmosphère et métal très fluide

La hauteur du joint va avoir une grande influence sur la résistance mécanique de l'assemblage brasé. On voit sur la figure 1.7 que plus l'écart augmente plus la résistance en traction va diminuer jusqu'à être divisée par 4 dans ce cas-ci. La distance entre les deux matériaux va également avoir un impact sur la résistance en cisaillement.

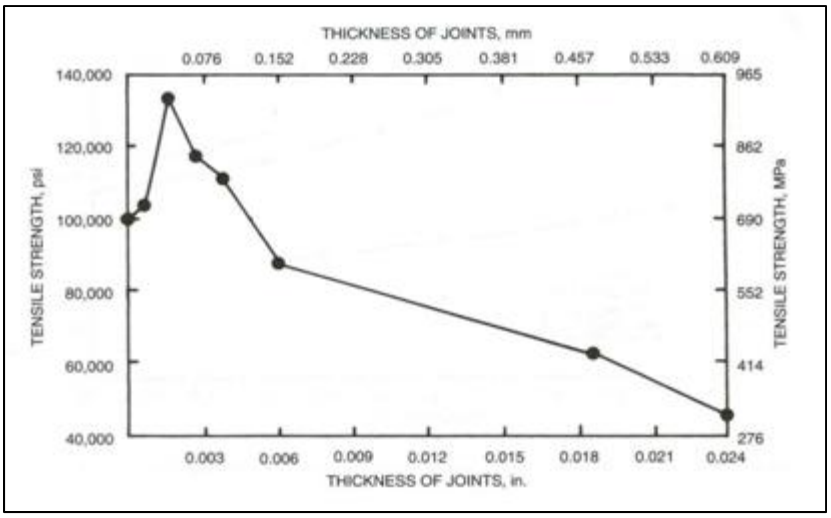


Figure 1.7 Impact de la hauteur du joint sur la résistance en traction de l'assemblage : aciers inoxydables brasés en bout à bout avec du BAg-1a (AWS, 2007)

Également, la microstructure d'un joint brasé va être fortement dépendante de sa hauteur (voir explications approfondies au paragraphe §1.8). En fonction de la hauteur, les phénomènes de diffusion et de dissolution vont prendre plus de temps car le chemin à parcourir par les atomes est différent. Si le temps ne varie pas, la diffusion n'aura pas lieu complètement et n'empêchera pas la formation de composés intermétalliques (Lugscheider et Partz, 1983; Sakamoto et al., 1989; Turner, 2005).

1.4 Le brasage au four

Le brasage au four sera employé dans le cadre de cette étude. Les composants sont pré-assemblés et la brasure est déposée avant la mise au four. L'ensemble des éléments est ensuite placé dans le four qui monte à la température de brasage. Une fois à la bonne température, cette dernière est maintenue pendant un certain temps, le temps de brasage. Puis ce maintien à température est suivi d'un refroidissement lent ou rapide selon les caractéristiques souhaitées. Toutes les opérations dans le four ont lieu dans une atmosphère particulière, que ce soit le vide, une atmosphère inerte, etc. (AWS, 2007)

Une telle technique de brasage présente deux avantages majeurs. Le premier est que l'étanchéité procurée par le four permet de contrôler complètement l'atmosphère de brasage et de générer une atmosphère protective et/ou propice au brasage du joint. Le second avantage de cette technique est que l'on peut parfaitement gérer et enregistrer le cycle thermique que va subir l'assemblage à braser. Cela permet d'obtenir une grande répétabilité sur les pièces brasées mais aussi de pouvoir faire de grandes séries de production. Le brasage au four est une méthode qui permet d'obtenir un brasage de qualité (AWS, 2007).

Il existe différents types de fours de brasage :

- des fours continus à tapis, à convoyeur,
- des fours sous vide à parois chaudes, à parois froides,
- des fours intermittents.

Dans le cadre de cette étude, le four employé est un four sous vide. Ce type de four permet non seulement d'avoir un vide poussé de l'ordre de 10^{-3} à 10^{-6} Torr (soit 10^{-1} à 10^{-4} Pa ou encore 1 à 10^{-3} μHg) mais aussi de pouvoir introduire un gaz sous pression partielle ou encore de braser dans une atmosphère inerte. Il faut cependant porter une attention toute particulière aux éléments introduits dans le four, à quelle pression et à quelle température. En effet, aux vues des faibles pressions utilisées, il y a un risque de sublimation de certains matériaux ayant une grande pression de vapeur saturante tels que le zinc, le plomb, le cadmium. S'il y a sublimation, cela peut grandement nuire au four car alors le métal, sous forme de vapeur, va aller se déposer et se solidifier sur les différentes parties du four voire même remonter dans certains tuyaux tels que les circuits du système de pompage pour le vide. Pour remédier à ce phénomène de sublimation, il faut braser sous des pressions partielles d'argon ou d'azote supérieures à 67 Pa (500 μ) mais en aucun cas il faut introduire un flux protecteur dans le four (AWS, 2007; Hirthe, 2009; Hooven et Nokes, 1990).

Les principaux gaz employés pour les pressions partielles et les atmosphères inertes sont : l'argon, l'hydrogène sec, l'ammoniac dissocié, l'azote et l'hélium. Le choix se fait en fonction de la compatibilité avec les matériaux de base et les alliages de brasage et aussi du

coût du gaz. Pour les assemblages destinés au secteur aéronautique, l'argon est le gaz le plus utilisé même s'il est plus cher que l'azote car il a une meilleure compatibilité avec les matériaux employés ; sinon l'azote est très populaire dans d'autres domaines. Le brasage au four sous vide en atmosphère protectrice est particulièrement indiqué pour les aciers faiblement alliés et à bas taux de carbone, les différents alliages de cuivre et les alliages hautes performances associés à différents métaux d'apport comme les brasures à base nickel (BNi), à base argent (BAg), à base cuivre (BCu) et à base or (BAu). Le tableau suivant (Tableau 1.2) indique les paramètres du four recommandés pour le brasage de ces différents alliages.

Tableau 1.2 Recommandations pour le brasage sous vide (AWS, 2007)

Source	**Pressions**	**Brasures**	**Métaux de base**
Vide	> 2 Torr	BCuP, BAg	Cuivre
Vide	Entre 0,5 et 2 Torr	BCu, BAg	Acier à faible teneur en carbone, cuivre
Vide	Entre 0,001 et 0,5 Torr	BCu, BAg	Acier faiblement allié et faible teneur en carbone, cuivre
Vide	< 0,001 Torr	BNi, BAu, BAlSi	Inox, alliages hautes performances, alliages réfractaires

1.5 Le métal de base : superalliages à base nickel

1.5.1 Inconel 625 et Inconel 718

Les superalliages à base nickel les plus largement répandus chez Pratt & Whitney Canada sont l'Inconel 625 et l'Inconel 718 (respectivement AMS 5599 et AMS 5596). Ils sont tous deux des superalliages créés par la marque Inconel de l'entreprise Inco Alloys. Ils font partie de la famille des superalliages ce qui signifie qu'ils allient de bonnes propriétés mécaniques et une bonne résistance à la corrosion et cela même à haute température. Bien qu'ils ne soient pas parmi les alliages les plus performants du marché, l'Inconel 718 et l'Inconel 625 sont très populaires parmi les superalliages au sein de l'industrie grâce notamment à de bonnes propriétés mécaniques, particulièrement lorsque la température ne dépasse pas 650°C (1202°F), mais aussi grâce à leur composition (Tableau 1.3). En effet, ils contiennent moins

de nickel que les autres alliages à base nickel (52,5% et 61%) et ne contiennent pas de cobalt ou autres éléments rares ce qui en fait des alliages relativement peu chers. De part sa composition, l'Inconel 718 rentre dans la catégorie des superalliages à base nickel-fer qui précipitent en partie en phase γ' sous forme de $Ni_3(Al,Ti)$ mais surtout en phase γ'', Ni_3Nb voire en phase δ (Ni_3Nb) possédant une cristallographie différente ce qui est une de leurs spécificités. Ces phases servent à durcir structuralement le matériau. L'Inconel 625 quant à lui appartient à la catégorie des superalliages à base nickel avec durcissement par mise en solution. Cependant, il peut durcir aussi en partie par précipitation en phase γ'', ou Ni_3Nb, car il contient du niobium mais dans une moindre mesure que l'Inconel 718 (Donachie et Donachie, 2003; Slama et Cizeron, 1997).

Tableau 1.3 Compositions en pourcentages massiques de l'Inconel 718 et de l'Inconel 625 (Donachie et Donachie, 2003)

	Ni	**Fe**	**Cr**	**Nb**	**Mo**	**Ti**	**Al**	**Cu**	**Autres**
IN718	52,5%	18,5%	19%	5,1%	3,0%	0,9%	0,5%	0,15%	0,23
IN625	61%	2,5%	21,5%	3,6%	9,0%	0,2%	0,2%		

1.5.2 Brasage des superalliages Inconel 625 et Inconel 718

Le brasage des superalliages à durcissement par précipitation peut être rendu difficile par la présence, dans la composition de plus de 1% d'aluminium et de titane (l'Inconel 718 en contient 1,4% et l'Inconel 625 0,4%). Ceux-ci forment des oxydes en surface qui gênent la mouillabilité de l'alliage de brasage sur le métal de base. De plus, ils sont particulièrement stables et donc très durs à éliminer. Il est également assez compliqué à haute température d'empêcher la reformation de ces oxydes une fois éliminés de la surface. Pour éviter cela, il est conseillé de réaliser une bonne préparation de la surface du métal de base où va avoir lieu le brasage mais aussi de réaliser l'opération de brasage dans un four sous vide et avec une pression partielle d'un gaz relativement inerte (argon, azote ou hydrogène sec). En plus des oxydes présents en surface, le brasage des superalliages peut être compliqué par l'affectation thermique qu'il provoque : l'effet thermique du brasage peut endommager certaines propriétés de l'alliage. Dans cette étude, les échantillons d'Inconel 625 sont reçus traités

thermiquement : ils ont subi une mise en solution autour de 950°C (1750°F). Or le brasage est réalisé à une température nettement plus élevée, en général entre 900°C et 1100°C (1652°F et 2012°F). D'après Donachie et al. (2003), une telle élévation de température pourrait affecter les propriétés de l'Inconel ; par expérience, cela est particulièrement vrai lors de l'utilisation d'alliages de brasage argent-cuivre (BAg). En règle générale, après le brasage de superalliages, aucun traitement post brasage n'est requis (AWS, 2007; Donachie et Donachie, 2003).

1.5.3 Préparation de surface avant brasage

Comme dit précédemment, il est très important de correctement préparer la surface où va avoir lieu le brasage. Il est nécessaire d'enlever de cette surface toute trace de contamination par d'autres métaux, de dépôts de graisse ou d'huile mais aussi des couches d'oxydes présentes en surface (principalement oxydes de titane et d'aluminium) afin de ne pas compromettre la bonne fluidité et mouillabilité de l'alliage de brasage sur le métal de base. Plusieurs solutions existent et peuvent être combinées pour obtenir un résultat optimal. Dans un premier temps, un dégraissage est conseillé pour enlever les résidus de graisse et d'huile. Un simple traitement à l'acide pour les superalliages à durcissement par mise en solution comme l'Inconel 625 est suffisant en règle générale en faisant toutefois attention au temps d'immersion dans la solution. Mais dans le cas de l'Inconel 718 cela est insuffisant pour obtenir une surface brasable, sa couche d'oxydes étant trop importante. Pour des oxydes stables et tenaces, un traitement mécanique peut être requis : il s'agit en général d'un grenaillage. Le choix de la grenaille est alors primordial : il ne faut pas qu'elle contamine la surface ni qu'elle enfonce les oxydes plus profondément. Il est donc recommandé d'utiliser de la grenaille de fer, de carbure de silicium ou encore mieux d'un alliage de même type que l'alliage de brasage (de type Nicroblast). La grenaille doit avoir des angles vifs et tranchants (donc être changée régulièrement) et être projetée avec un angle inférieur à 90° sur la surface à traiter, tout ceci afin d'éviter d'incruster les oxydes dans le métal de base. Le traitement de grenaillage doit être obligatoirement suivi d'un traitement chimique afin d'éliminer les contaminations dues à la grenaille (AWS, 2007). Les produits d'attaque chimique sont

similaires à ceux employés pour d'autres métaux comme les acides sulfuriques, nitriques et hydrochloriques. Il faut cependant être prudent sur les temps d'immersion dans les bains si le taux de chrome présent dans le matériau est supérieur à 12% (Inconel 718 : 19%) car cela peut causer une perte de poids importante, une chute de la ductilité et des attaques intergranulaires (Donachie et Donachie, 2003).

Dans le cas de superalliages à base nickel avec un haut pourcentage de titane et d'aluminium, ce qui est le cas de l'Inconel 718, il est fortement conseillé de réaliser un placage au nickel sur la surface après un nettoyage. Ce traitement bien que coûteux est très avantageux car il améliore la mouillabilité et conserve la surface propre jusqu'au brasage sans toutefois affecter les propriétés des deux matériaux et celle du futur joint. L'épaisseur du placage doit être de 15 μm (0,0006 po) pour les alliages ayant moins de 4% de titane et d'aluminium (AWS, 2007; Donachie et Donachie, 2003). Il est important de préciser que le placage n'empêchera pas la diffusion entre le joint et le métal de base (AWS, 2007; Schwartz, 1987).

Des nouvelles techniques ont également été mises au point pour éliminer ces oxydes d'aluminium et de titane en les transformant. Pour cela, un nettoyage aux ions fluorure ou un nettoyage au fluorure d'hydrogène peuvent être utilisés. Le point intéressant de ces nouvelles méthodes est qu'elles protègent de la reformation des oxydes (AWS, 2007).

1.6 Les alliages de brasage

En règle générale, les brasures utilisées pour les métaux ferreux, en particulier les aciers inoxydables, conviennent au brasage des alliages à base de nickel. Le choix de l'alliage va principalement dépendre des propriétés souhaitées pour le futur assemblage brasé. Ainsi, par exemple, dans le cas où une grande ductilité du joint est recherchée, l'utilisation de brasures à base d'or ou de palladium est recommandée malgré leur coût. Cette recommandation vient du fait que leur microstructure à une seule phase les rend relativement ductile (AWS, 2007). Il est important de bien choisir l'alliage d'apport : il ne doit pas détériorer les propriétés du métal de base en ayant une diffusion trop importante vers celui-ci, en provocant son érosion

ou encore en formant des composés fragiles, comme certains précipités. Les principaux critères qui interviennent dans le choix de l'alliage de brasage sont : la compatibilité entre celui-ci et le métal de base, sa forme (feuille, pâte, poudre, fil, …), la méthode de chauffage employée (vitesse, atmosphère, source), la température de brasage, le cycle thermique et les caractéristiques du joint (hauteur, longueur, …). Les alliages qui conviennent particulièrement bien au brasage des superalliages à base nickel sont les métaux d'apport à base argent (BAg), à base or (BAu), à base cuivre (BCu) et cuivre phosphore (BCuP) et bien sûr les alliages à base nickel (BNi) (AWS, 2007).

Pour les métaux d'apport à base argent et or, comme le brasage a lieu dans un four sous vide, il faut spécialement être vigilant à la composition qui ne doit pas contenir de cadmium ou autre élément susceptible de se sublimer lors du processus (AWS, 2007; Donachie et Donachie, 2003). En effet, l'atmosphère du four a alors une pression inférieure à la pression de vapeur saturante de ces derniers. Une spécification spéciale pour le brasage sous vide de ces brasures a été mise en place : les BVAg et BVAu sont spécifiquement conçus pour être utilisés dans le vide (AWS, 2007). Les conditions de brasage (atmosphères et écartement du joint) des différents alliages de brasage ont été présentées dans la section du brasage au four et du joint (Tableaux 1.1 et 1.2). Les températures de liquidus et de solidus sont répertoriées dans le tableau ci-dessous (Tableau 1.4).

Tableau 1.4 Températures de solidus et liquidus pour les alliages de brasage étudiés (AWS, 2007)

AWS Classification	**Solidus °C (°F)**	**Liquidus °C (°F)**
BNi-2	971°C (1780°F)	999°C (1830°F)
BNi-1a	977°C (1791°F)	1077°C (1971°F)
BNi-3	982°C (1800°F)	1038°C (1900° F)
Palnicro-36M	934°C (1713°F)	972°C (1782°F)
BAg-13a	771°C (1420°F)	893°C (1639°F)
BCu-1	1083°C (1981°F)	1083°C (1981°F)
BAu-4	949°C (1740°F)	949°C (1740°F)
BAu-6	1007°C (1845°F)	1046°C (1915°F)

1.6.1 Les alliages à base nickel

Les alliages de brasage à base de nickel sont très utilisés dans l'assemblage des métaux à base nickel, en particulier le BNi-2, car ils ont des bonnes aptitudes au mouillage et à l'écoulement en plus de pouvoir être utilisés en service à de hautes températures et dans des milieux corrosifs (AWS, 2007; Schwartz, 1987). Il existe une très large gamme de ces alliages, chacun ayant des propriétés spécifiques (plus ou moins fluides, …). Ils contiennent souvent des éléments tels que le bore, le phosphore ou le silicium qui peuvent parfois les rendre très agressifs vis-à-vis du métal de base (érosion, diffusion) lorsque le temps de brasage est trop long (Schwartz, 1987).

1.6.1.1 BNi-2

Le BNi-2 est un alliage très fréquemment utilisé, principalement en raison de son rapport qualité/prix. En effet, il est composé de métaux peu coûteux (Tableau 1.5) et a d'excellentes propriétés à haute température. Il est également aisé à braser car il possède un liquidus plus faible que le BNi-1 qui lui est par ailleurs très similaire : 999°C (1830°F) au lieu de 1077°C (1971°F). Vu qu'il est très fréquemment employé, il est disponible sous de nombreuses formes ce qui facilite aussi son utilisation. Comme la plupart des alliages de nickel, il possède une excellente résistance à la corrosion et à l'oxydation. Il a une composition proche de l'eutectique donc peu de risque de liquation (le terme est défini au chapitre suivant) et un excellent mouillage. Il faut faire cependant attention à ce qu'il n'érode pas le métal de base. Une de ses plus grandes propriétés est qu'il est compatible avec presque tous les métaux de base (AWS, 2007; Schwartz, 1987; Weinstein, Peaslee et Miller, 2009).

Tableau 1.5 Composition en pourcentages massiques du BNi-2 (AWS, 2007)

AWS Class.	Ni	Cr	B	Si	Fe	C	P	Co	Autres
BNi-2	Bal.	6,0-8,0	2,75-3,5	4,0-5,0	2,5-3,5	0,06	0,02	0,1	0,7

1.6.1.2 BNi-1a

Le BNi-1a est un alliage qui a été développé après le BNi-1 dans le but d'augmenter sa résistance à la corrosion. La seule différence avec le BNi-1 est sa basse teneur en carbone (Tableau 1.6). Il est donc énormément utilisé dans les assemblages qui vont subir des conditions sévères lors de leur emploi. Il semble aussi qu'il produise des joints plus forts que le BNi-1 mais qu'il soit moins fluide que ce dernier. Il est aussi assez sensible au phénomène de liquation car il possède un large intervalle solidus/liquidus de 100°C ou 212°F : prévoir correctement le cycle thermique de brasage (AWS, 2007; Schwartz, 1987).

Tableau 1.6 Composition en pourcentages massiques du BNi-1a (AWS, 2007)

AWS Class	Ni	Cr	B	Si	Fe	C	P	Co	Autres
BNi-1a	Bal.	13,0-15,0	2,75-3,5	4,0-5,0	4,0-5,0	0,06	0,02	0,1	0,7

1.6.1.3 BNi-3

Le BNi-3 a les mêmes utilités que les brasures précédentes. Sa composition diffère par l'absence totale de chrome, remplacé par du nickel (Tableau 1.7). En outre, il possède d'excellentes qualités d'écoulement ce qui lui permet de braser des joints étroits et profonds (AWS, 2007).

Tableau 1.7 Composition en pourcentages massiques du BNi-3 (AWS, 2007)

AWS Class	Ni	B	Si	Fe	C	P	Co	Autres
BNi-3	Bal.	2,75-3,5	4,0-5,0	0,5	0,06	0,02	0,1	0,7

1.6.1.4 Palnicro 36M

L'addition de palladium dans la pâte à braser permet de baisser la température de fusion de l'alliage (tableau 8). Elle permet également une amélioration du mouillage et de la fluidité de la pâte lors du brasage. Concernant les performances mécaniques, la résistance en traction

des joints à recouvrement est similaire aux brasures nickel (D'Silva, 1979). En revanche, l'ajout de palladium permet d'augmenter la ductilité du joint (Lugscheider et Pelster, 1983), propriété faisant souvent défaut aux joints brasés au nickel (Schwartz, 1987). Cependant les auteurs ne précisent pas dans quelle mesure (pas de résultats de tests) et à quoi est dû cette amélioration de la ductilité. La durée de vie en fatigue est aussi améliorée par rapport aux brasures or (D'Silva, 1979). Son utilisation est similaire aux autres brasures au nickel (D'Silva, 1979).

Tableau 1.8 Composition en pourcentages massiques du Palnicro 36M (issu du site : www.wesgometals.com)

AWS Classification	Pd	Ni	Cr	Si	B
Palnicro 36M	35,6	Bal.	10,5	0,5	3,0

1.6.2 Les alliages à base or

Les alliages à base d'or sont particulièrement recommandés dans le brasage des alliages de nickel car ils possèdent une bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion et une bonne ductilité. La présence d'or fait qu'il y a peu d'interactions chimiques entre le métal de base et la brasure (formation de composés intermétalliques entre autres) : ils conviennent donc parfaitement pour le brasage de matériaux peu épais (AWS, 2007; Schwartz, 1987).

1.6.2.1 BAu-4

Le BAu-4 est un alliage de brasage qui peut résister à la corrosion jusqu'à une température de service de 815°C (1500°F) : il convient donc très bien au brasage de l'Inconel 718. Il associe une diffusion idéale et de bonnes propriétés physiques (grande compatibilité) à la température de brasage. Il est conseillé de travailler avec une atmosphère d'hydrogène ultra sec si le brasage a lieu dans un four. Son seul inconvénient est sa teneur en or (Tableau 1.9) qui fait qu'il est relativement cher mais désormais les industriels le remplacent souvent par du BNi-2 qui a un comportement très similaire (AWS, 2007; Schwartz, 1987).

Tableau 1.9 Composition en pourcentages massiques du BAu-4 (AWS, 2007)

AWS Classification	Au	Ni	Autres
BAu-4	81,5-82,5	Bal.	0,15

1.6.2.2 BAu-6

Comme le BAu-4, le BAu-6 est lui aussi coûteux car il contient du palladium en plus de 70% d'or (Tableau 1.10). Ce dernier permet d'augmenter la mouillabilité de la brasure. Il est particulièrement recommandé pour le brasage au four sous une atmosphère protectrice ou sous vide. Il procure un joint solide même à haute température tout en ayant une bonne ductilité (AWS, 2007; Schwartz, 1987).

Tableau 1.10 Composition, en pourcentages massiques, du BAu-6 (AWS, 2007)

AWS Classification	Au	Ni	Pd	Autres
BAu-6	69,5-70,5	21,5-22,5	7,5-8,5	0,15

1.6.3 L'alliage à base cuivre

1.6.3.1 BCu-1

Le BCu-1 est du cuivre quasiment pur (Tableau 1.11) disponible sous de nombreuses formes (ruban, fils, feuille, …). Il possède un écoulement libre du fait de sa composition et est souvent utilisé pour le brasage au four associé à une atmosphère soit d'hydrogène soit d'ammoniac dissocié et sans flux. Si des oxydes résistants sont présents comme l'aluminium ou le titane par exemple, une atmosphère de meilleure qualité peut être requise (introduction d'argon à partir de 900°C ou 1652°F) voire un placage au nickel du métal de base. Les temps de séjour dans le four doivent être relativement courts sous peine d'érosion du métal de base. Le BCu-1 convient au brasage d'alliages de nickel s'ils ne doivent pas résister à de hautes températures et à une importante corrosion (AWS, 2007; Schwartz, 1987).

Tableau 1.11 Composition en pourcentages massiques du BCu-1 (AWS, 2007)

AWS Classification	Cu	P	Pb	Al	Autres
BCu-1	99,90 min	0,075	0,02	0,01	0,10

1.6.4 L'alliage à base argent

1.6.4.1 BAg-13a

Les alliages d'argent ne sont pas utilisés, en règle générale, dans le brasage au four sous vide car il y a un fort risque de vaporisation de ses éléments d'alliages. Cependant le BAg-13a a été spécialement conçu pour le brasage sous vide (Tableau 1.12). L'introduction d'une pression partielle d'argon lorsque le four atteint 900°C (1652°F) est tout de même nécessaire car sous un vide poussé l'argent est susceptible de se vaporiser. Il est aussi un des rares métaux d'apport à base d'argent à supporter les hautes températures. La mouillabilité du BAg-13a sur les alliages de nickel n'est pas excellente à cause de la présence d'argent dans la composition et à l'absence de zinc ou de cadmium, trop volatiles: la préparation de surface doit être optimisée au maximum. Il faudra prendre garde également au temps de séjour dans le four car cet alliage est susceptible de provoquer l'érosion du métal de base. La teneur en nickel de cet alliage de brasage contribue à améliorer sa résistance à la corrosion sous certaines conditions (AWS, 2007; Schwartz, 1987).

Tableau 1.12 Composition en pourcentages massiques du BAg-13a (AWS, 2007)

AWS Classification	Ag	Cu	Ni	Autres
BAg-13a	55,0-57,0	Bal.	1,5-2,5	0,15

1.7 Les paramètres de brasage pour les différents alliages de brasage

1.7.1 Température de brasage

La température de brasage est un paramètre critique du procédé de brasage. En effet, cette température va influencer quantité de phénomènes tels que la fluidité de la brasure, la capillarité, la diffusion ce qui joue un rôle important dans la qualité du brasage. Cette température dépend principalement du choix des matériaux en présence et du mode de chauffage. En règle générale, la température de brasage est majorée de 55 à 110°C (131°F-230°F) par rapport à la température de liquidus du métal d'apport (Schwartz, 1987). Le tableau 1.13 ci-dessus présente les différentes températures brasage conseillées par l'AWS pour les alliages de brasage employés par la suite.

Tableau 1.13 Températures de liquidus, de solidus et intervalle de température de brasage conseillé pour les alliages de brasage étudiés
(AWS, 2007)

AWS Classification	Solidus °C (°F)	Liquidus °C (°F)	Température de brasage °C (°F)
BNi-2	971°C (1780°F)	999°C (1830°F)	1010-1177°C (1850-2151°F)
BNi-1a	977°C (1791°F)	1077°C (1971°F)	1077-1204°C (1971-2200°F)
BNi-3	982°C (1800°F)	1038°C (1900°F)	1010-1177°C (1850-2150°F)
Palnicro-36M	934°C (1713°F)	972°C (1782°F)	Pas de recommandation
BAg-13a	771°C (1420°F)	893°C (1639°F)	871-982°C (1600-1800°F)
BCu-1	1083° C (1981°F)	1083°C (1981°F)	1093-1149°C (2000-2100°F)
BAu-4	949°C (1740°F)	949°C (1740°F)	949-1004°C (1740-1839°F)
BAu-6	1007°C (1845°F)	1046°C (1915°F)	1046-1121°C (1915-2050°F)

Le choix de la température est un compromis difficile à faire. Une température de brasage la plus basse possible est recommandée pour minimiser l'impact thermique sur l'assemblage (diminue les distorsions, le grossissement des grains, …). Cela permet aussi de diminuer le risque d'érosion du métal de base par la brasure. En règle générale, une basse température limite les interactions entre le métal de base et l'alliage de brasage (diffusion, dissolution). Sur un plan économique, cela permet aussi de prolonger la durée de vie des outillages (four, porte-outils, …) et de diminuer la facture énergétique. En revanche une température plus élevée est meilleure pour le mouillage et la résistance à l'oxydation de l'assemblage. Cela

permet aussi de déclencher certains mécanismes métallurgiques et ainsi combiner un traitement thermique avec le procédé de brasage (AWS, 2007).

1.7.2 Liquation

La liquation est un phénomène non désiré qui consiste en la séparation de la portion de phase solide de la portion de phase liquide lorsque la température se situe entre le solidus et le liquidus : la portion de phase liquéfiée a la capacité suffisante pour s'écouler par capillarité dans le joint, laissant ainsi une portion de phase solide dont la température de fusion a fortement augmenté. La nouvelle température de fusion de la phase solide peut alors ne jamais être atteinte lors du cycle de brasage : cette phase peut ne jamais se liquéfier et rester à sa place originelle (Schwartz, 1987). La qualité du joint n'est donc pas convenable. Ainsi, lors du cycle de brasage, une attention particulière devra être portée à la vitesse de chauffe et à l'écart de température entre le liquidus et le solidus de la brasure car si celui-ci est important et couplé à un mode chauffage relativement lent comme le four, un risque de liquation existe. La liquation a plus de chance d'apparaître lorsque la brasure est chauffée en même temps que l'assemblage comme c'est le cas pour un brasage au four et contrairement à un brasage à la torche, par exemple (AWS, 2007; Schwartz, 1987). Le risque de liquation est diminué si on utilise un métal d'apport avec un faible écart liquidus/solidus, donc avec une composition proche de l'eutectique. Une autre solution pour minimiser le phénomène de liquation est d'avoir une vitesse de chauffage rapide lorsque la température atteint le solidus de la brasure (AWS, 2007).

1.7.3 Chauffage et refroidissement

L'intérêt d'utiliser un four est que la température peut être parfaitement maîtrisée à l'intérieur de la chambre. On peut ainsi choisir un chauffage avec des paliers (Figure 1.8). Cette technique permet à l'assemblage et au four d'homogénéiser leur température, ce qui est particulièrement important dans le cas d'assemblages avec des massivités importantes. Cette technique peut aussi diminuer le risque de liquation : un palier juste avant la température de

solidus du métal d'apport laisse le temps à la température de l'assemblage d'atteindre celle du four et à la brasure celui de s'homogénéiser. Le cycle thermique se poursuit alors par une montée en température à vitesse rapide. De la même façon le refroidissement peut être parfaitement contrôlé. Certains traitements thermiques peuvent aussi être réalisés en même temps que le brasage. En général, le refroidissement consiste en une trempe avec du gaz inerte ou en un maintien au four jusqu'à la température ambiante (AWS, 2007).

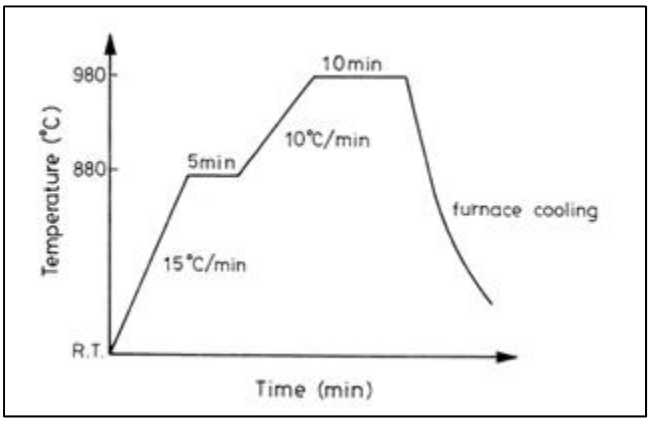


Figure 1.8 Un exemple de cycle thermique classique (Yeh et Chuang, 1997)

1.8 Microstructures des joints brasés

Les microstructures jouent un rôle important dans la qualité du joint et dans son comportement mécanique. Il est donc indispensable de les étudier pour pouvoir espérer améliorer la tenue mécanique de l'assemblage ou bien optimiser le processus de brasage.

Peu d'articles scientifiques sont spécifiquement dédiés aux pâtes que nous étudions ici (excepté la pâte BNi-2). Ainsi, la revue des microstructures provenant des études précédemment menées a été faite en fonction du système auquel s'apparente la pâte à braser (les principaux éléments constituant la brasure). Les futures observations pourraient alors diverger par rapport aux constats de la littérature scientifique. Cependant, ils sont une bonne

base sur laquelle s'appuyer pour l'identification des phases, des éléments et leur morphologie ainsi que pour développer une méthodologie.

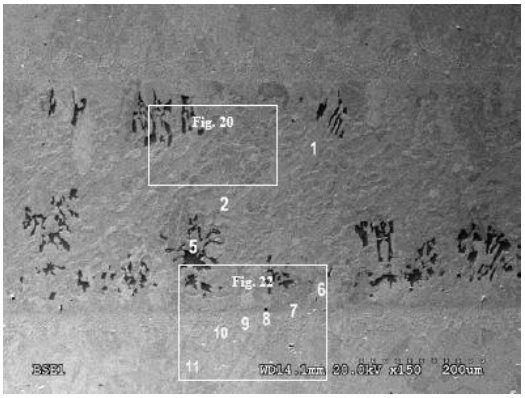
1.8.1 Les alliages à base nickel

1.8.1.1 Système Ni-Cr-Si-Fe-B (BNi-1a et BNi-2)

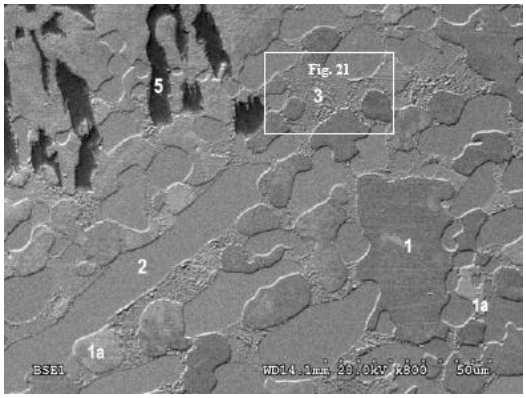
Un tel système de brasage contient du bore et du silicium dans le seul but de baisser la température de fusion de l'alliage de brasage. Cependant, la présence de ces éléments est néfaste, par la suite, aux caractéristiques mécaniques de l'assemblage en formant des phases eutectiques, dures et fragiles. Plusieurs eutectiques peuvent se former selon la composition originelle de l'alliage de nickel : en général, il s'agit d'une matrice de γ-nickel avec un ou deux composés intermétalliques. Dans le cas présent, les différents auteurs notent la présence de trois phases eutectiques (Tung, Lim et Lai, 1996; Wu et al., 2001; Wu et al., 2000):

- un eutectique binaire de γ-nickel et de borures de nickel (Ni_3B),
- un autre eutectique binaire de γ-nickel et de borures de chrome (CrB),
- un eutectique ternaire composé de γ-nickel, de siliciures de nickel (Ni_3Si) et de borures de nickel (Ni_3B).

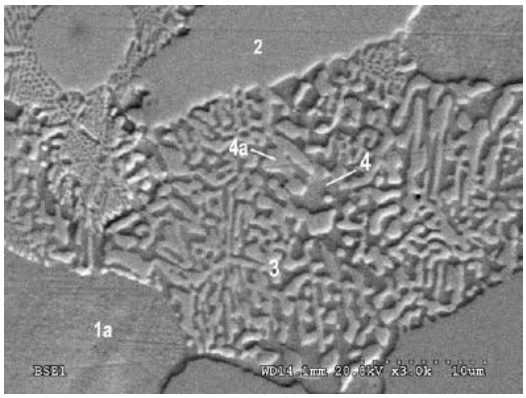
Le composé γ-nickel est une solution solide de nickel dans laquelle se dissout du fer, du chrome et du silicium. Elle apparaît sous forme de couches, proches de l'interface du métal de base, lors de solidification isotherme puis sous formes de nodules dès le début du refroidissement. Les composés eutectiques, eux, apparaissent au centre du joint. Les différents composés sont entremêlés et forment, en générale, une bande centrale (Figure 1.9). Si le joint a une largeur variable, la bande eutectique n'est pas forcément présente tout le long du joint ; elle n'existe plus aux faibles écartements. La valeur de ces derniers dépend des conditions de brasage (Lugscheider et Partz, 1983; Sakamoto et al., 1989; Turner, 2005).



(a)



(b)



(c)

Figure 1.9 Les zones eutectiques : (a) vue d'ensemble, (b) eutectiques binaires et (c) grossissement d'un eutectique ternaire (Turner, 2005)

Les phases de la zone eutectique sont extrêmement dures et donc fragiles. Les phases telles que la solution solide de γ-nickel ou le métal de base sont quant à elles particulièrement ductiles (Figure 1.10). Ces microduretés révèlent un comportement mécanique très différent entre des phases attenantes. Les résultats de tests mécaniques montrent l'influence néfaste des phases eutectiques (Tsoungui, 2010), il est donc essentiel d'éviter la formation de cette zone ou de l'éliminer par la suite si cela s'avère difficile.

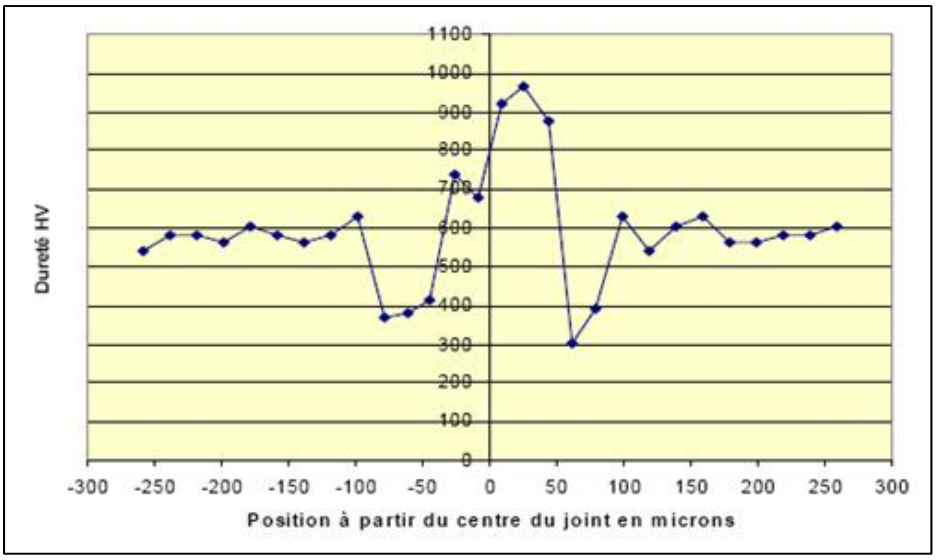


Figure 1.10 Profil de microdureté dans un joint brasé avec du BNi-2 à 1050°C pendant 10 min et ayant un écartement final d'environ 160 μm
(Turner, 2005)

La formation de ces phases est un processus complexe, elle débute lors du palier de brasage si le temps de maintien le permet ou alors pendant le refroidissement de l'assemblage. La première phase à se solidifier est la solution solide de γ-nickel. Le mélange liquide est alors enrichi en bore, en silicium et en chrome, rejetés par la formation de la solution solide jusqu'à atteindre la composition du premier eutectique binaire de γ-nickel et de borures de nickel qui commence alors à se former. Le mélange continuant à être enrichi en chrome, il vient ensuite la formation de l'eutectique binaire composé de γ-nickel et de borures de chrome. La partie fluide restante au centre du joint n'a d'autre choix que de se solidifier en eutectique ternaire de γ-nickel, de borures de nickel et de siliciures de nickel vue sa richesse en silicium, tout le chrome ayant été consommé à l'étape précédente (Tung, Lim et Lai, 1996).

D'après le descriptif du phénomène de solidification, une des solutions pour empêcher l'apparition des phases eutectiques est d'augmenter le temps de brasage afin de réaliser une solidification isotherme plus complète (Lugscheider et Partz, 1983; Sakamoto et al., 1989; Turner, 2005; Wu et al., 2000). En plus de cette solution, les auteurs ont trouvé d'autres

paramètres pour supprimer les phases indésirables. Une augmentation de la température de brasage et/ou un traitement thermique de diffusion post-brasage peuvent diminuer voire éliminer les phases fragiles du joint (Lugscheider et Partz, 1983; Sakamoto et al., 1989; Turner, 2005; Wu et al., 2001; Wu et al., 2000). Il en est de même en réduisant l'écartement du joint mais cela est parfois difficile à mettre en œuvre dans un milieu industriel (Lugscheider, Knotek et Kloehn, 1978; Lugscheider et Partz, 1983; Sakamoto et al., 1989; Wu et al., 2001; Wu et al., 2000).

Les auteurs Sakamota et al. (1989) ainsi que Lugscheider et al. (1983) et Turner (2005) ont introduit la notion de Maximum Brazing Clearance (MBC) dans leurs articles : il s'agit de l'écartement maximal du joint libre de la présence de toute phase fragile de type eutectique ; elle se mesure sur un joint en forme de V (Figure 1.11). Elle sert ainsi de point de comparaison entre les différentes méthodes destinées à diminuer la proportion d'eutectiques présents dans le joint. Des essais ont montré que la MBC du BNi-1a passe de 62 µm à 95 µm lorsque le temps de brasage évolue de 15 à 60 min à 1135°C (2075°F) (Sakamoto et al., 1989). Également, la MBC du BNi-2 est de 80 µm pour un brasage de 10 min suivi d'un traitement de diffusion de 60 min à cette même température alors qu'elle n'est que de 60 µm à la suite d'un simple brasage de 60 min à la même température (Lugscheider et Partz, 1983). Turner (2005), quant à lui, rapport que les augmentations de MBC ont été plus significatives lors des brasages prolongés (60 et 120 min) que lors des traitements de diffusion (240 min).

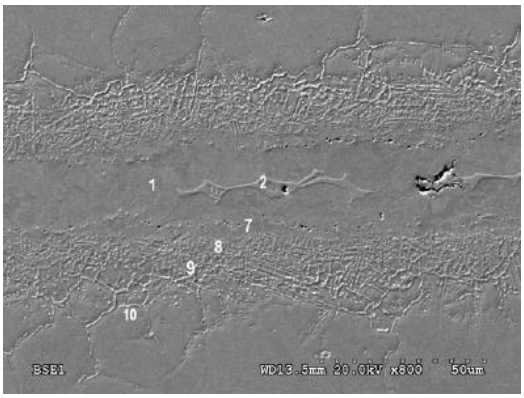


Figure 1.11 Début d'eutectique ou zone MBC
(Turner, 2005)

1.8.1.2 Système Ni-Si-B-Fe (BNi-3)

Le comportement du BNi-3 est assez similaire à ceux du BNi-2 et du BNi-1a. En effet, sa composition comprend également du bore et du silicium. Ainsi, il va former des eutectiques composés d'intermétalliques (Figure 1.12) : un eutectique binaire de γ-nickel et de borures de nickel (Ni_3B) et un eutectique ternaire de γ-nickel, de siliciures de nickel (Ni_3Si) et de borures de nickel (Ni_3B) (Aluru et al., 2008; Tung, Lim et Lai, 1995; Yuan, Kang et Kim, 2009).

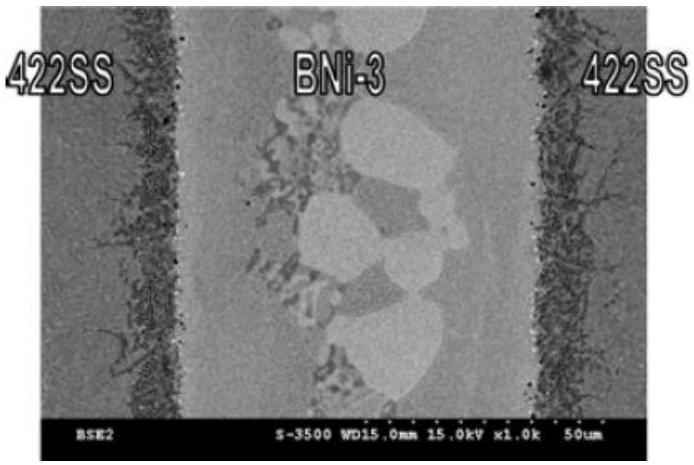


Figure 1.12 Joint brasé avec du BNi-3
(Ou et Shiue, 2003)

Puisqu'il n'y a pas de chrome dans la composition du BNi-3, il n'y a pas trace d'eutectique binaire de borures de chrome. Également, la composition de la phase γ-nickel diffère quelque peu de celle du BNi-2 : les éléments présents sont identiques à l'exception du chrome mais les proportions sont différentes.

Le mécanisme de solidification sera lui aussi identique. Tung et al. (1995) soulignent simplement que de petits précipités de siliciures de nickel peuvent apparaître dans les nodules de γ-nickel. Ils remarquent aussi une concentration non négligeable de borures de nickel à l'interface du joint si le brasage a lieu à 1090°C (1995°F) et au-delà. Ceci est confirmé par Ou et al. (2003). Ils repèrent également d'autres types de borures formés par

des éléments provenant du métal de base. Dans le cas de l'article, il s'agit d'acier inoxydable 422SS ainsi, dû à leur affinité, il y a formation de borures de chrome et de borures de fer. L'interface présente aussi des porosités de Kirkendall qui augmentent avec le temps de brasage. Ces porosités sont révélatrices d'une non-symétrie du transport de masse : dans le cas présent, la diffusion de l'élément bore est plus rapide, dû à son faible rayon atomique, que la dissolution du fer et du chrome venant du métal de base. Le fait qu'elles augmentent avec le temps de brasage confirme que la diffusion du bore est fortement dépendante du temps (Ou et Shiue, 2003). Yuan et al. (2009), quant à eux, confirment l'élimination des phases eutectiques après un brasage prolongé.

1.8.1.3 Système Ni-Pd-Cr (Palnicro 36M)

Le palladium a été introduit dans les métaux d'apport au nickel dans le but d'abaisser leur température de fusion et d'augmenter la ductilité du joint brasé (Lugscheider et Pelster, 1983). Les auteurs, encore une fois, ne précisent pas dans quelle mesure et à quoi est dû cette amélioration de la ductilité. Le palladium n'empêche pas la formation de phases dures et fragiles que sont les eutectiques et les précipités. La littérature s'accorde à dire que le brasage du système Ni-Pd-Cr-B-Si produit des eutectiques binaire et ternaire composés des siliciures de palladium, des borures de nickel, de borures de chrome et de γ-nickel, solution solide de Ni-Cr-Si (Figure 1.13) (Bose et al., 1986; Lugscheider et Pelster, 1983; Turner, 2005).

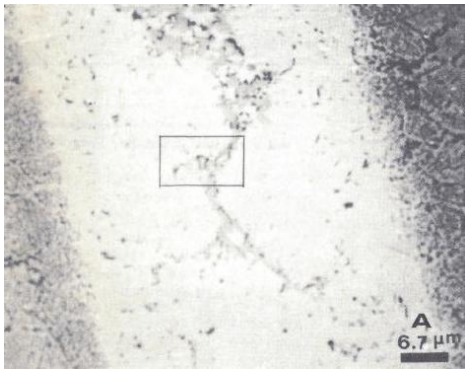
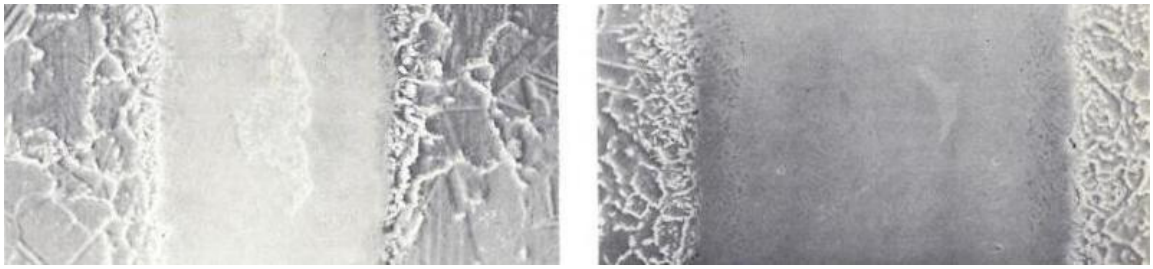


Figure 1.13 Image MEB d'un joint brasé avec une pâte nickel-palladium (Bose et al., 1986)

Encore une fois, la microdureté de ces phases est très supérieure à celle du métal de base ou de la matrice de solution solide de nickel [palladium, chrome et silicium] constituant le restant du joint : 900-1000 HV pour les siliciures de palladium et 1000-1200 HV pour les borures de nickel contre 230-250 HV (Lugscheider et Pelster, 1983). La présence de ces phases fait alors grandement diminuer la résistance mécanique du joint. Une précipitation des borures de chrome est aussi observée à l'interface métal de base/métal d'apport. Elle est également néfaste au comportement du joint : en plus d'altérer la résistance mécanique du joint, elle appauvrit ce dernier en chrome fragilisant ainsi sa résistance à la corrosion (Bose et al., 1986; Lugscheider, Partz et Lison, 1982; Lugscheider et Pelster, 1983). Cependant ces phases fragiles tendent à disparaitre, avec un temps de brasage supérieur à 60 minutes (Figure 1.14). En effet, le bore diffuse dans le métal de base diminuant alors sa concentration au sein du joint et empêchant la formation de précipités au cœur du joint brasé (Bose et al., 1986; Turner, 2005). Le silicium semble, lui diffuser moins rapidement (Bose et al., 1986; Turner, 2005) mais, même s'il reste quelques siliciures de palladium dans le joint brasé, Lugscheider et al. (1983) soutient que cela n'est pas préjudiciable de façon significative à la résistance mécanique de l'assemblage.



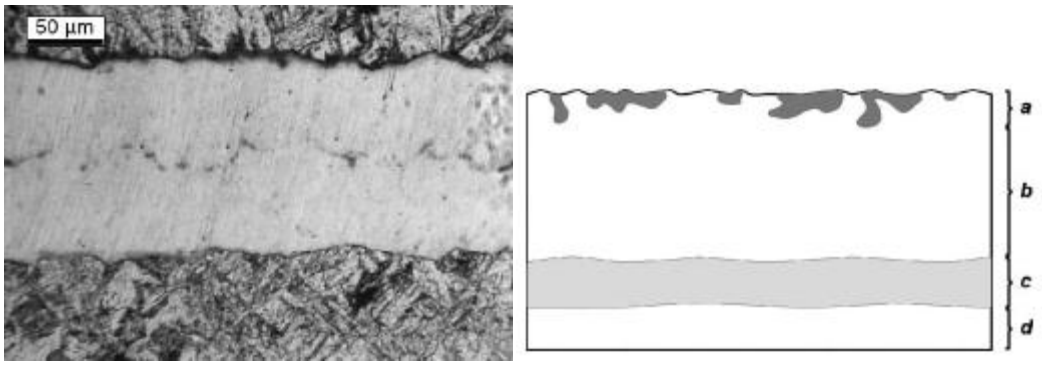
(a) (b)

Figure 1.14 Comparaison de deux brasages au nickel-palladium :
(a) temps de brasage 60 min et (b) temps de brasage 120 min - x600
(Lugscheider et Pelster, 1983)

1.8.2 Les alliages à base or

1.8.2.1 BAu-4

Selon la littérature, le brasage du BAu-4 produit deux phases distinctes. Une des phases est riche en or et l'autre en nickel (Nowacki, Danielewski et Filipek, 2004; Tolle et al., 1995). Cependant la composition des phases et leur morphologie ne concordent pas toujours entre les différents articles. Tolle et al. (1995) décrit des phases fines, provenant possiblement d'une décomposition spinodale, composées à 94.98% d'or et 5.02% de nickel pour la phase riche en or et à 59.39% de nickel et 40.61% d'or pour la phase riche en nickel mais aucune image ne vient appuyer ces affirmations. L'étude faite par Nowacki et al. (2004) est plus complète et mieux documentée. Elle montre la présence dans le joint d'une zone centrale riche en nickel à 54-57% (zone a du schéma 1.15) noyée dans une matrice (zone b) riche en or à 76-78% (Figure 1.15). L'interface (zone c) est le lieu d'une dissolution d'éléments du métal de base, zone d, (14-5 PH) comme le fer, le cuivre et le chrome. Les différences entre les deux observations faites sur un même alliage peuvent être expliquées par le diagramme de phase Au-Ni (Figure 1.16). D'après ce dernier, la seule explication pour une telle différence de morphologie provient d'une différence de vitesse de refroidissement. Si le refroidissement est rapide, on fige la structure eutectique obtenue après passage du solidus. Et s'il est suffisamment lent, donc proche de l'équilibre du diagramme de phases, deux phases distinctes apparaissent et sont complètements séparées : une solution solide (Au,Ni) riche en nickel et une solution solide (Au,Ni) riche en or. En effet, Nowacki et al. (2004) effectue un refroidissement lent du joint brasé à 0,01°C/s et Tolle et al. (1995) refroidit, lui, à une vitesse supérieure de 0,3°C/s. Ce constat permet de mettre en avant l'importance de la vitesse de refroidissement lors du brasage, en particulier celui des brasures à base d'or.



(a) (b)

Figure 1.15 Joint brasé avec la pâte BAu-4 : a) Image au MEB et b) schéma d'un demi-joint représentant la morphologie du joint (Nowacki, Danielewski et Filipek, 2004)

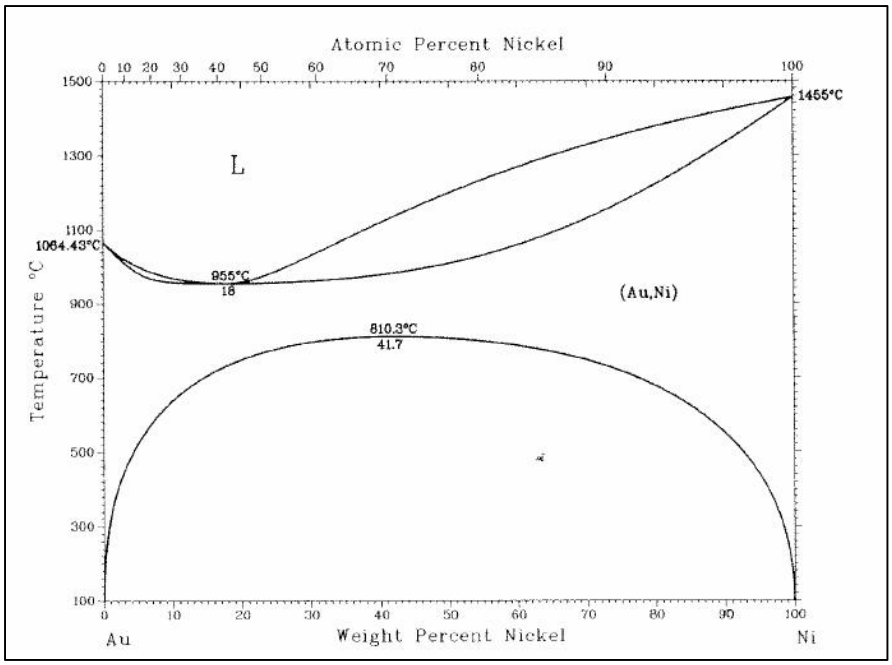


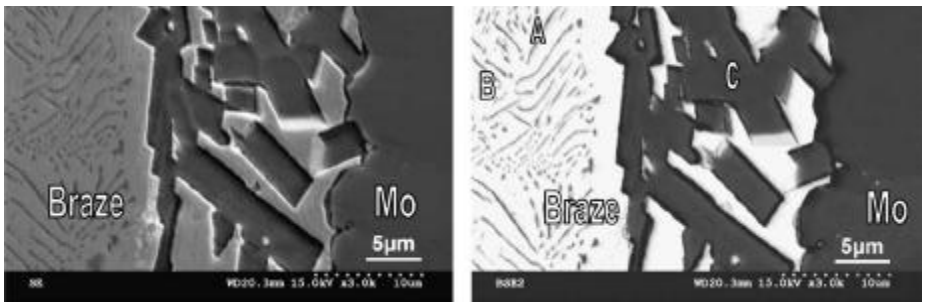
Figure 1.16 Diagramme de phase binaire Au-Ni (Okamoto et Massalski, 1991)

D'après les études de microduretés de Nowacki et al.(2004), la zone centrale a est plus dure que la matrice b : 210/220 HV contre 180/190 HV : le joint est relativement ductile et homogène. Le brasage, dans cette étude, est suivie d'un vieillissement qui semble augmenter les caractéristiques mécaniques de l'assemblage surtout pour les joints larges dont

l'écartement est supérieur ou égal à 0.12 mm. Par contre, il n'affecte pas la dureté du joint au contraire de celle du métal de base. Au niveau de la morphologie du joint, le vieillissement semble uniformiser la distribution des éléments en présence. Le phénomène est cependant moins notable pour les joints ayant été brasés avec un temps de brasage supérieur à une heure. L'écartement idéal selon Nowacki et al. (2004) se situe entre 0.04 et 0.08 mm afin d'éviter les défauts et les manques de brasage tout en ayant une microstructure optimale et la meilleure résistance mécanique possible.

1.8.2.2 BAu-6

Le joint brasé avec du BAu-6, même s'il possède du palladium en plus, présente deux phases du même type que Bau-4 : une phase riche en or et l'autre en nickel (Liaw et Shiue, 2005). Cependant la comparaison avec l'article de Nowacki et al. (2004) s'arrête là car la morphologie et la disposition des phases sont différentes. En effet, la phase riche en nickel est sous forme d'aiguilles réparties sur toute la hauteur du joint, excepté à l'interface pour un brasage de 20 min à 1050°C (1922°F). Elles sont englobées dans une matrice riche en or qui reste la phase majoritaire (Figure 1.17 et Tableau 1.14).



(a) (b)

Figure 1.17 Images au MEB (a) en électrons secondaires et (b) en électrons rétrodiffusés du joint brasé avec la pâte BAu-6 (Liaw et Shiue, 2005)

Tableau 1.14 Composition des différentes phases présentées à la figure 1.17 (Liaw et Shiue, 2005)

Phase %wt	Au	Pd	Ni	Mo
A	29.75	8.31	58.67	3.26
B	87.03	8.98	3.99	0.0
C	6.75	3.78	34.23	55.23

Dans ce cas-ci, le diagramme de phase pseudobinaire Au-Ni-Pd (Figure 1.18) permet d'expliquer la différence de morphologie des phases : une structure eutectique composée de deux solutions solides (Au,Ni,Pd), l'une riche en or et l'autre riche en nickel peut être obtenue par un refroidissement rapide. Cependant, il est impossible de confirmer cette hypothèse car Liaw et al. (2004) ne précise pas la vitesse de refroidissement utilisés dans le cas des joints brasés.

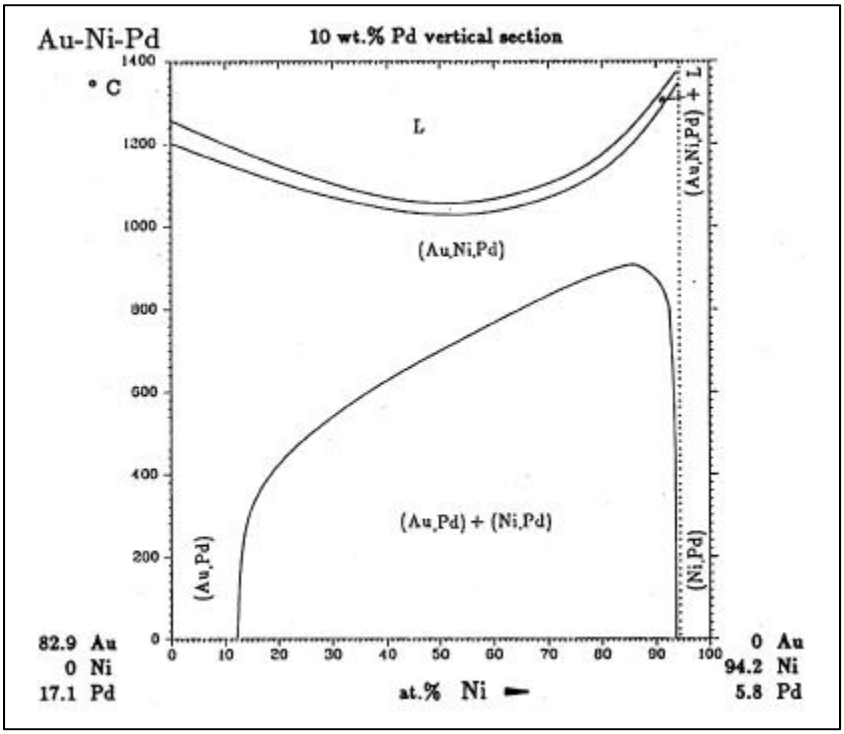


Figure 1.18 Diagramme de phase pseudobinaire Au-Ni-Pd (Villars, Prince et Okamoto, 1995)

L'étude de ces joints brasés est menée sur du molybdène ce qui génère un composée d'intermétalliques de MoNi. Elle est très néfaste à la résistance mécanique du joint. La formation d'un tel intermétallique sera-t-elle visible sur de l'Inconel 625 qui contient jusqu'à 10% de molybdène, pour des conditions de brasage similaires? L'élément palladium ne semble pas, lui, jouer un rôle essentiel dans la formation des phases du joint. Il ne privilégie aucune des deux phases et se répartit de manière égale entre les deux phases (Liaw et Shiue, 2005).

1.8.3 L'alliage à base cuivre

La pâte à braser BCu-1 est composée à 99.9% de cuivre. Sa microstructure après brasage est, en conséquence, très simple. Elle est composée d'une unique phase de cuivre. De plus, le cuivre ne semble pas réagir chimiquement avec le métal de base et ainsi aucun composé intermétallique n'apparaît à l'interface, ce rôle étant plutôt dévolu aux éléments d'addition de la brasure (Figure 1.19).

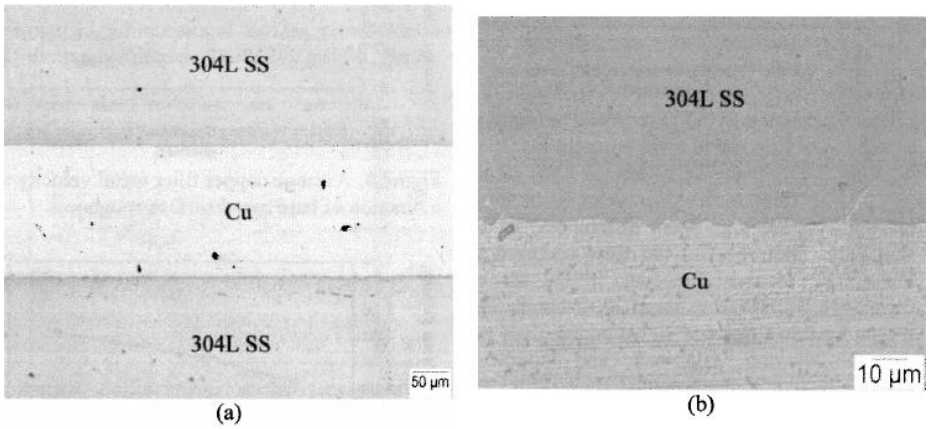


Figure 1.19 Images au MEB d'un joint brasé avec la pâte BCu-1 sur du 304 SS:
(a) joint sur tout sa hauteur, (b) grossissement de l'interface
(Madeni, Rodas et Liu, 2009)

Cependant, du fait de l'absence d'éléments d'addition, le cuivre possède une très grande fluidité et une vitesse d'écoulement importante. Cela peut entraîner l'apparition de défauts (porosités, manques de brasage) à l'interface métal d'apport/métal de base, la brasure n'ayant

pas le temps nécessaire pour remplir les cavités et autres irrégularités à la surface du métal de base (Madeni, Rodas et Liu, 2009) (Figure 1.20).

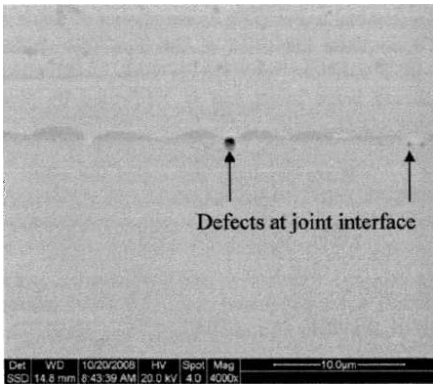


Figure 1.20 Image au MEB de l'interface cuivre/304 SS : des défauts sont visibles à un grossissement de 4000 (Madeni, Rodas et Liu, 2009)

1.8.4 L'alliage à base argent

Aucun article ne traite du cas de brasage du BAg-13a bien qu'il ne soit pas rare dans l'industrie. Si des travaux de recherche le concernent, ils sont restés confidentiels et n'ont pas été publiés. Les données que nous possédons alors sur cet alliage sont celles du paragraphe §1.6.4 et son diagramme de phase, classique, présenté à la Figure 1.21.

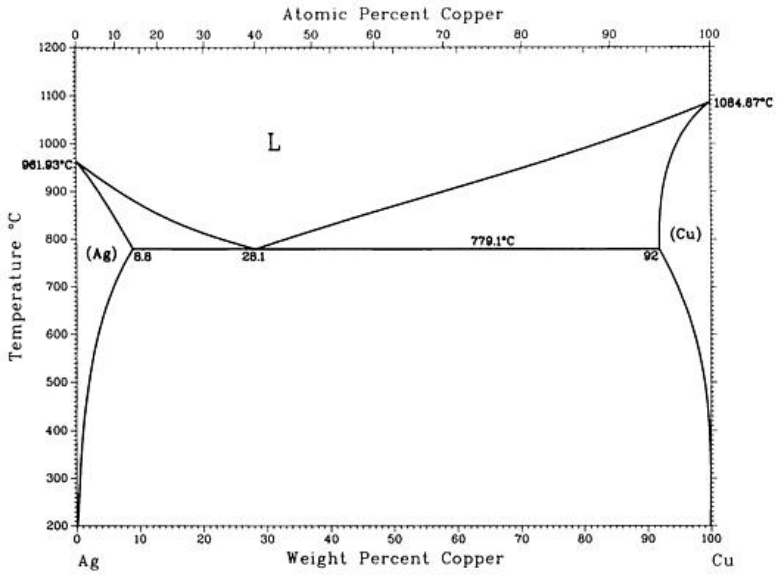


Figure 1.21 Diagramme de phases Ag-Cu
(Subramanian et Perezko)

Cette revue de la littérature existante nous a permis de mieux connaître le procédé de brasage et plus spécifiquement le brasage au four. Nous connaissons désormais les différents mécanismes impliqués dans le processus de brasage, leur influence sur la qualité du joint et les paramètres permettant de les contrôler. Cette revue a également servi à présenter les différents travaux réalisés sur les alliages de brasage à hautes performances : microstructures, caractéristiques mécaniques, les systèmes chimiques étudiés, …. Elle a aussi permet de déterminer une méthodologie pour nos propres travaux de recherche sur les alliages de brasage dont nous souhaitons connaître les caractéristiques. Cette méthodologie est explicitée au chapitre suivant « Méthodes d'expérimentation ».

CHAPITRE 2

MÉTHODES D'EXPÉRIMENTATION

2.1 Principes des essais

2.1.1 Essais de mouillage

Avant d'observer les microstructures, il est nécessaire de mieux de connaître les alliages de brasage qui vont être manipulés par la suite et en particulier leurs réactions avec un support peu complexe dans une situation simple. Pour cela, il a été décidé de réaliser des tests afin d'observer leur mouillage et leur étalement sur un substrat qui influence peu le brasage. Pour cela, le test de la goutte, qui consiste à déposer une goutte de métal d'apport sur une plaquette métallique servant de substrat, a été choisi.

Lors de ces tests, l'influence de certains paramètres du four sur le mouillage de la brasure a surtout été étudiée. Les paramètres du four étudiés sont la pression de l'atmosphère protectrice d'argon : 27, 80 et 133 Pa (respectivement 200, 600 ou 1000 microns de mercure) et la température d'introduction de l'atmosphère dans le four : 93°C et 649°C (200°F ou 1200°F). Donc pour chaque température d'introduction d'atmosphère, trois pressions différentes sont utilisées pour le brasage. La matrice des essais est disponible en ANNEXE I.

2.1.2 Essais de brasage

Dans le but d'observer les microstructures de joints brasés avec les alliages de brasage précédemment présentés, des essais de brasage sont réalisés. Il a été décidé que les paramètres du four seraient fixes pour tous les types de brasures, déterminés suite aux essais de mouillage. En revanche, la température de brasage est adaptée à chaque alliage.

Les paramètres de l'assemblage brasé sont quant à eux fluctuants. Cela permet d'observer leur influence sur la microstructure de l'assemblage. Les paramètres susceptibles de modifier la microstructure du joint sont sa hauteur (son écartement) et le temps de brasage passé à la température de brasage. L'écartement du joint va varier entre 0 et 178 μm (0 et 0.007 pouces) ce qui couvre la gamme des réalisations de la production actuellement chez Pratt & Whitney Canada. 178 μm (0.007 pouces) est un écartement important qui présente donc des difficultés de remplissage ce qui sera intéressant d'étudier. Concernant les temps de brasage, deux extrêmes ont été choisis : 15 et 150 minutes. Quinze minutes est le temps de brasage minimal chez PWC pour répondre aux normes en vigueur et cent cinquante minutes correspond à une limite en terme de coûts et d'industrialisation. Au-delà de 150 minutes, le traitement coûte trop cher et mobilise trop longtemps les différents équipements. Par conséquent, dans un souci d'industrialisation future du présent projet, il est souhaitable de ne pas outrepasser cette limite. Lorsqu'il s'avèrera nécessaire d'observer la microstructure à un temps intermédiaire pour permettre une meilleur compréhension, des essais supplémentaires seront alors réalisés à la suite des premières séries. La matrice des essais de brasage est disponible en ANNEXE II.

2.2 Types de montages

2.2.1 Essais de mouillage

Les essais de mouillage consistent à déposer de la brasure sur un substrat sans faire d'assemblage uniquement pour observer le comportement de la brasure avec ce substrat. Dans ce projet, la brasure, choisie parmi celles présentées au chapitre précédent, est déposée sur une plaquette d'environ 25x76x1.9 mm soit 1x3x0.74 pouces d'Inconel 625 (Figure 2.1). Le choix de l'Inconel 625 permet de faciliter la préparation de surface car celle-ci contient peu d'oxydes tenaces de type Al_2O_3 ou TiO_2 qui modifient et complexifient grandement le mécanisme de mouillage.

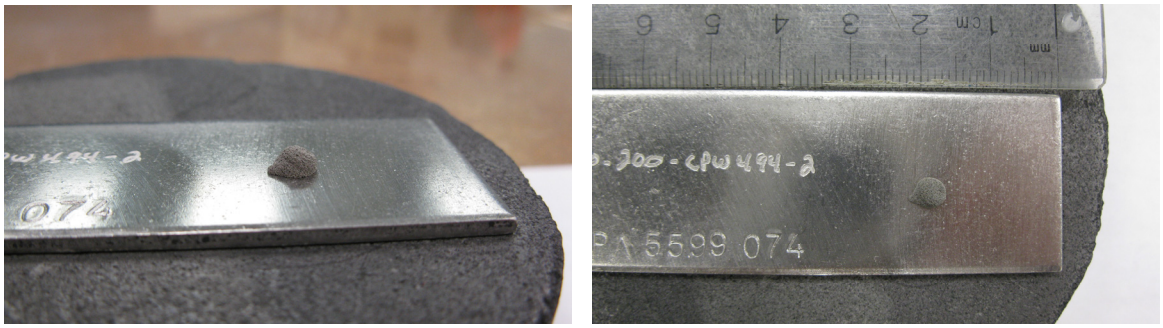


Figure 2.1 Dépôt de pâte sur la plaquette-échantillon avant brasage

Le dépôt de la pâte à braser est fait par des braseurs habilités de chez PWC. Le problème de la quantité de pâte à déposer sur la plaquette s'est rapidement imposé. Il est impossible de contrôler la quantité de brasure en la pesant sous forme de poudre car la brasure est directement sous forme de pâte (une poudre avec un liant organique qui se pyrolyse lors du brasage). Les braseurs disposent tout de même sur leur appareil permettant le dépôt de brasure (régulateur pneumatique) d'une fonction délivrant une quantité de pâte précise. Cependant, cette fonction est utile pour une même pâte à braser mais ne permet pas de comparer les quantités de pâte de nature différente et le contrôle de la quantité d'une pâte à l'autre se fait de façon visuelle. Il est important de préciser que ces différences de quantité de pâte ne sont préjudiciables que pour la mesure de l'étalement car l'angle de mouillage créé entre la brasure et la plaquette du métal de base ne devrait pas varier.

2.2.2 Essais de brasage

Dans un premier temps, il a été décidé de réaliser les essais de brasage sur de l'Inconel 625 pour les mêmes raisons que lors des essais de mouillage : absence d'oxydes stables en surface ce qui rend l'Inconel 625 plus facilement brasable. Les plaquettes d'Inconel 625, standards de 25x76x1.9 mm (soit 1x3x0.074 pouces) servent aux montages.

Afin d'étudier l'effet de l'écartement et de limiter le nombre de montages, l'assemblage des deux plaquettes d'Inconel 625 se fait en forme de V (Figure 2.2) (Lugscheider et Partz, 1983; Sakamoto et al., 1989). Ainsi en un seul montage, toute la gamme d'écartement de 0 à 178

µm (0 à 0.007 pouces) est présentée. De cette façon, on réduit le nombre d'essais à deux par pâtes à braser : un montage brasé 15 minutes et un autre brasé 150 minutes. Cependant dans un souci de répétabilité, ces échantillons sont doublés, soit un total de quatre échantillons par brasures. Le montage en V permet également de repérer et mesurer la MBC des échantillons. Il sert aussi à observer les très faibles écartements, impossibles à réaliser par ailleurs car alors peu fiable. Pour la compréhension de certains phénomènes, des montages d'essais de brasage parallèles, donc à écartement fixes, seront éventuellement réalisés.

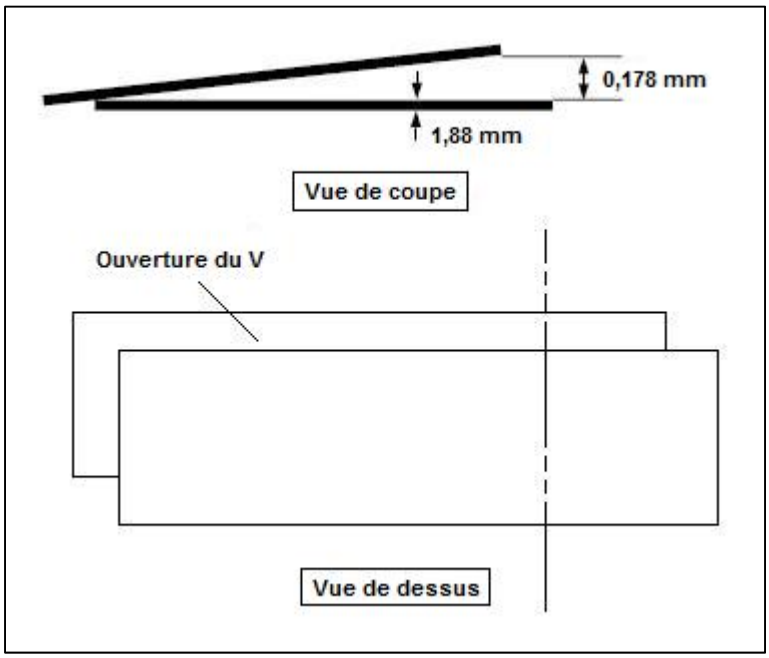


Figure 2.2 Montage en V des essais de brasage

2.3 Préparation des montages

2.3.1 Préparation de surface des substrats

Comme vu dans le chapitre précédent en la revue de littérature, un bon état de surface non contaminé est indispensable pour réaliser un brasage correct. Il suffit de nettoyer à l'acide. Chez Pratt & Whitney Canada, ce nettoyage débute dans un bain électrolytique rempli d'une solution alcaline. Puis les plaquettes sont transférées dans un bain d'acide chlorhydrique

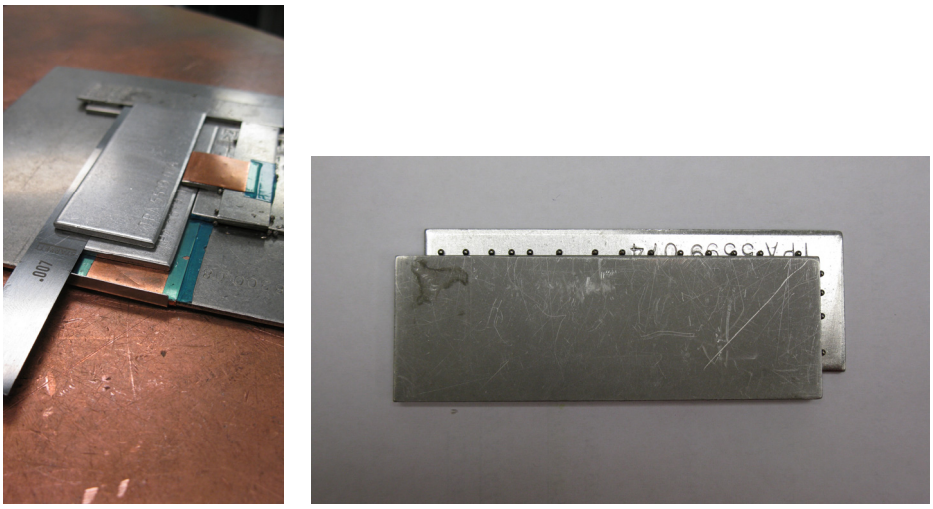
(Figure 2.3). Les plaquettes séjournent dans ces bains ce qui permet de dégraisser les plaquettes et de faire un léger décapage chimique.



Figure 2.3 Bains contenant les solutions de nettoyage chimique

2.3.2 Assemblage

A la suite de la préparation de surface, les plaquettes, prêtes à être assemblées, sont transférées dans une chambre « blanche » dans laquelle le taux de poussière et l'atmosphère sont contrôlés pour éviter toute contamination sur les pièces propres. Les plaquettes sont alors assemblées en V par les braseurs habilités à l'aide d'un montage qui décale légèrement les deux plaquettes (Figure 2.4 a). Le large écartement à l'ouverture du joint est obtenu par une cale d'épaisseur 0.178 mm (0.007 pouces). L'ensemble est maintenu par des billes de 1.2 mm de diamètre soudées par résistance sur tout le pourtour des plaquettes excepté du côté de l'ouverture du joint (Figure 2.4 b).



(a) (b)

Figure 2.4 Assemblage en V de deux plaquettes à l'aide d'un montage : (a) vue du montage avec les deux plaquettes et la cale et (b) montage soudé par les billes

Les alliages de brasage sont ensuite appliqués sous forme de pâte à l'entrée du joint. L'application est faite par une seringue reliée à un régulateur pneumatique (Figure 2.5) qui permet de contrôler le volume de pâte déposée.



Figure 2.5 Régulateur pneumatique relié à une seringue permettant de déposer la pâte

Les échantillons ainsi assemblés sont déposés sur des supports en graphite, ouverture vers le haut et inclinés de 45° environ (Figure 2.6). Cette position va aider, par gravité, au remplissage du joint. Les supports en graphite ont été au préalable recouverts d'anti-

mouillants à base d'oxydes stables comme celui du magnésium, de l'aluminium ou encore du titane permettant ainsi aux échantillons de ne pas adhérer sur les supports et de ne pas endommager les supports par des excès de brasures provenant des échantillons. De plus, à partir de 1065°C (1950°F), il existe un fort risque de contamination des échantillons par le carbone du graphite, risque éliminé par la présence d'anti-mouillants (Schwartz, 1987; Turner, 2005). Les supports en graphite sont couramment employés dans l'industrie du brasage car ils sont peu affectés thermiquement et conservent alors la planéité des assemblages brasés dans des fours.

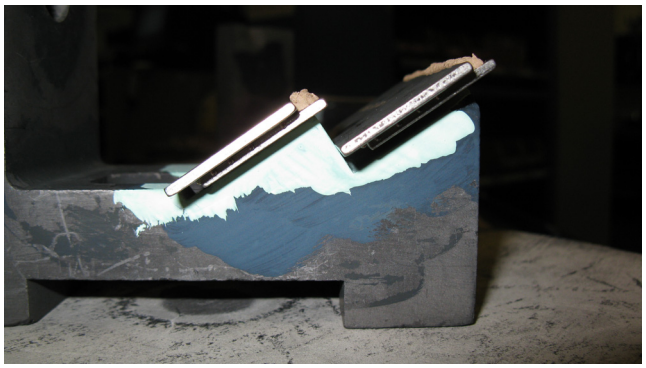


Figure 2.6 Échantillons assemblés et prêts à braser sur un support en graphite

2.4 Brasage des échantillons

2.4.1 Les alliages de brasage

Voici un petit tableau récapitulatif des brasures qui vont être utilisées et de leur composition (Tableau 2.1) :

Tableau 2.1 Tableau récapitulatif des alliages de brasage et leur composition en pourcentage massique

	Ni	Cr	B	Si	Fe	Pd	Au	Ag	Cu
CPW 475 LCPMC 72008 Palnicro 36M	50,5	10,5	3,0	0,6		36,0			
AMS 4777 LCPMC 72004 BNi-2	82,0	7,0	3,0	4,5	3,0				
LCPMC 72005 BNi-3	92,0		4,5	3,0					
CPW 494 LCPMC 72014 BNi-1a	75,0	13,0	2,9	4,5	4,0				
LCPMC 72003 BCu-1									99,9
LCPMC 72002 BAu-4	12,0						82,0		
LCPMC 72062 BAu-6	22,0					8,0	70,0		
CPW 296 LCPMC 72001 BAg-13a	2,5							56,0	42,0

Chaque alliage de brasage a une température de brasage spécifique. Ainsi tous les alliages de brasage utilisés chez PWC ont été choisis pour que leur température de brasage concorde avec les exigences de températures du métal de base. En effet, les températures ne devant pas affecter thermiquement le métal de base sont choisies au minimum. Les températures auxquelles ont été brasés les assemblages sont présentées dans le tableau 2.2.

On remarque que certaines brasures (BAu-4, BAg-13a et Palnicro 36M) ont la même température de brasage ; elles sont par conséquent regroupées dans une fournée identique à 996°C (1825°F). Sinon, chaque série constitue une fournée différente et a une recette spécifique.

Tableau 2.2 Températures de brasage des alliages de brasage

	Températures de brasage	
	En °Celsius	En °Fahrenheit
CPW 296 LCPMC 72001 BAg-13a	996°C	1825°F
LCPMC 72002 BAu-4	996°C	1825°F
CPW 475 LCPMC 72008 Palnicro 36M	996°C	1825°F
AMS 4777 LCPMC 72004 BNi-2	1052°C	1925°F
LCPMC 72005 BNi-3	1066°C	1950°F
LCPMC 72062 BAu-6	1079°C	1975°F
LCPMC 72003 BCu-1	1121°C	2050°F
CPW 494 LCPMC 72014 BNi-1a	1135°C	2075°F

2.4.2 Le four et les recettes de brasage

Une fois assemblés, les échantillons sont brasés dans un des fours de Pratt & Whitney Canada. Il s'agit de fours horizontaux sous vides dans lesquels une atmosphère protectrice inerte peut être insérée (Figure 2.7). Les fours fonctionnent à l'énergie électrique. Les parois intérieures des fours sont constituées de graphite, ils font donc partie des fours à parois froides. La température interne est contrôlée par un thermocouple fixé sur les parois du four. D'autres thermocouples, au nombre de 3, servent à contrôler la température des échantillons qui peut différer de celle du four (effet d'inertie du four ou de massivité de la pièce). Ces thermocouples, lorsqu'ils ne peuvent être directement placés sur les pièces, sont insérés dans un support simulant la massivité de ces dernières. Les fours sont pilotés par des ordinateurs qui gèrent le cycle de brasage en fonction des données des thermocouples et du programme demandé. Une telle technologie permet une précision de ±2°C (±4°F) sur une température de

brasage demandée ce qui est vital pour la qualité des joints en évitant tout phénomène de liquation.



Figure 2.7 Un des fours horizontaux de brasage sous vide de Pratt & Whitney Canada (Turner, 2005)

Bien que chaque brasure ait une température de brasage différente des autres, le principe de la recette de brasage reste le même :

- Mise sous vide du four,
- Test de vérification des fuites,
- Montée en température à 11°C/min (20°F/min),
- Introduction de la pression partielle de 1000 microns d'argon à 93°C (200°F),
- 1er palier de maintien de 10 min aux environs de 538°C (1000°F),
- Montée en température à 11°C/min (20°F/min),
- 2ème palier de maintien de 10 min dont la température dépend des températures de solidus des brasures,
- Montée en température rapide à 22°C/min (40°F/min),
- 3ème palier de maintien à la température de brasage et pendant le temps de brasage souhaité (15 ou 150 minutes),
- Refroidissement lent à l'argon jusqu'à 538°C (1000°F),

- Refroidissement forcé avec ventilateur à l'argon jusqu'à 93°C (200°F).

Les recettes peuvent légèrement différer de ce schéma en ayant plus de deux paliers de maintiens intermédiaires ou des temps de montée différents. Les recettes pour les essais de mouillage sont identiques à celles des brasages excepté l'étape d'introduction de la pression partielle qui a une pression et une température fluctuantes. Un exemplaire d'une recette pour chaque brasure est fourni en ANNEXE III.

Il est nécessaire de réaliser des paliers lors de la montée en température : cela permet à la température du four et des échantillons de s'homogénéiser correctement. De plus, le dernier palier de maintien à quelques degrés en dessous de la température de solidus de la brasure suivi d'une montée en température rapide jusqu'à la température de brasage permet de limiter le phénomène de liquation défini au chapitre 1 (§ 1.7.2) auquel sont sujettes les brasures avec un large intervalle solidus/liquidus. Un premier refroidissement lent est très important car un refroidissement rapide de type trempe serait néfaste au brasage : la morphologie des zones eutectiques présentes dans le joint en serait modifiée (Tung, Lim et Lai, 1996). Un refroidissement plus rapide à partir de 538°C (1000°F) est possible car alors la morphologie du joint brasé est figée et n'est plus influencée par la température.

2.5 Études et analyses des brasages (plaquettes et joints brasés)

2.5.1 Inspection visuelle

Avant de commencer des analyses plus poussées, les échantillons sont inspectés visuellement dès leur sortie du four afin d'observer s'ils répondent aux critères de qualité. Ainsi, à l'œil nu, on détecte des défauts tels que les manques de brasage, les porosités, le mauvais étalement, un remplissage incomplet. Si un ou plusieurs de ces défauts est identifié alors la fournée d'échantillons est recommencée jusqu'à ce que l'inspection visuelle valide les échantillons. Si l'inspection est bonne, les échantillons vont ensuite pouvoir être analysés plus en profondeur.

2.5.2 Microscope optique

2.5.2.1 Préparation des échantillons observés

Avant de pouvoir être observés les échantillons doivent subir une préparation standard. Dans un premier temps, les échantillons sont découpés à l'aide d'une tronçonneuse « LECO CM15 ». Les échantillons de brasage sont découpés dans la largeur pour pouvoir observer le « V ». Ceux de mouillage sont quant à eux découpés au centre de la goutte étalée pour ainsi mesurer l'angle de mouillage. Dans les deux cas, les échantillons sont ensuite montés à chaud dans une résine époxy thermodurcissable. Cette étape a lieu dans une presse « STRUERS CitroPress-20 ». L'étape suivante consiste à polir ces échantillons désormais enrobés. Des disques de papiers abrasifs de carbure de silicium de 120, 320 et 600 viennent successivement polir entre 30 et 60s la surface, cela à l'aide d'une polisseuse semi-automatique « STRUERS AbraPol-20 ». Pour améliorer l'état de surface, les échantillons sont passés aux feutres de 3 et 1 μm imprégnés de solution diamantée pendant environ 2 min chacun. Toutes ces étapes de polissage permettent d'obtenir un état de surface lisse dit « miroir » afin que le microscope puisse focaliser sur la surface entière. Il est désormais nécessaire de révéler les contrastes des différentes phases présentes dans la brasure. Les échantillons vont donc subir une attaque chimique. Elle va dépendre de la composition de l'alliage de brasage utilisée (Tableau 2.3) :

Tableau 2.3 Paramètres des attaques chimiques selon le métal d'apport

	BAg-13a	BCu-1	BAu-4	BAu-6	BNi-1a	BNi-2	BNi-3	Palnicro 36M
Attaque chimique			Aqua Regia		Kalling's			
Composition			66% HCl 33% HNO_3		5 g $CuCl_2$ 100 ml HCl 100 ml Ethanol			
Temps d'attaque			10 s		10 s			

Certaines brasures n'ont pas besoin d'être attaquées car le polissage suffi à révéler les contrastes comme c'est le cas pour le BAg-13a et le BCu-1. Les échantillons sont alors prêts à être observés au microscope optique.

2.5.2.2 Essais de mouillage

Dans le cadre des essais de mouillage, deux éléments doivent être observés : l'étalement de la goutte de brasure et l'angle de mouillage qu'elle forme avec le métal de base. L'étalement est mesuré avant que l'échantillon ne soit préparé pour l'observation au microscope. On place alors la plaquette avec la goutte brasée au centre sous un microscope à très faible grossissement Leica (ou binoculaires) couplé à un logiciel d'acquisition Clemex Vision grâce auquel on prend trois mesures du rayon de l'étalement (Figure 2.8). La plaquette est ensuite préparée comme décrit dans le paragraphe précédent. Elle est par la suite observée au microscope optique Olympus (Figure 2.8) dont le grossissement va jusqu'à x1000. Lui aussi est associé au logiciel d'acquisition Clemex Captiva. Cela permet alors de prendre des mesures des angles, faire des annotations sur les images des échantillons et tout simplement de faire l'acquisition de ces images.

2.5.2.3 Essais de brasage

Le but des essais de brasage est de pouvoir observer, identifier et analyser la microstructure obtenue des différents joints brasés. La microstructure est visible au microscope car elle a été révélée par l'attaque chimique. Les joints sont observés sur un microscope optique Olympus à différents grossissements (Figure 2.8), dans différentes régions du joint et cela tout le long du V. Des images sont faites le long de ce joint à des endroits significatifs tels qu'au grand (ouverture), petit et moyen écartement. Des mesures et des relevés sont également réalisés grâce au logiciel d'acquisition par exemple pour la MBC dans le cas où elle existe ou bien encore pour la largeur des différentes zones repérables dans le joint. Pour rappel, la MBC est la largeur maximale du joint libre de toute phase eutectique (§1.8.1.1). Une première observation au microscope optique permet aussi une première approche du joint et facilitera le travail au microscope électronique à balayage. En effet, les réglages à faire sur un microscope optique sont faciles et rapides, contraire aux autres. Le microscope optique va permettre de repérer les futures zones à étudier en profondeur. Les observations faites aux microscopes optiques pour les différents alliages sont regroupées en ANNEXE XV. Elles

devraient servir de référence pour l'industrie qui travaille principalement avec des microscopes optiques.



Figure 2.8 Images de binoculaire à gauche
et de microscope optique à droite

2.5.3 Microscope électronique à balayage (MEB)

L'observation au microscope électronique des essais de brasage est rendu indispensable par deux éléments : pour l'observation, dû à la finesse de la majorité des microstructures (phases à l'intérieur de phases) et pour le besoin d'analyses chimiques des phases constituant le joint.

2.5.3.1 Principes

Le microscope électronique à balayage (MEB) est constitué d'une colonne de diaphragmes et de lentilles de type condenseurs qui vont focaliser le faisceau d'électrons généré à son sommet. Le faisceau va venir frapper la surface de l'échantillon : une poire d'interaction se crée alors sous la surface de l'échantillon (figure 2.9) dont la taille va varier en fonction de l'énergie du faisceau et de la nature de l'échantillon.

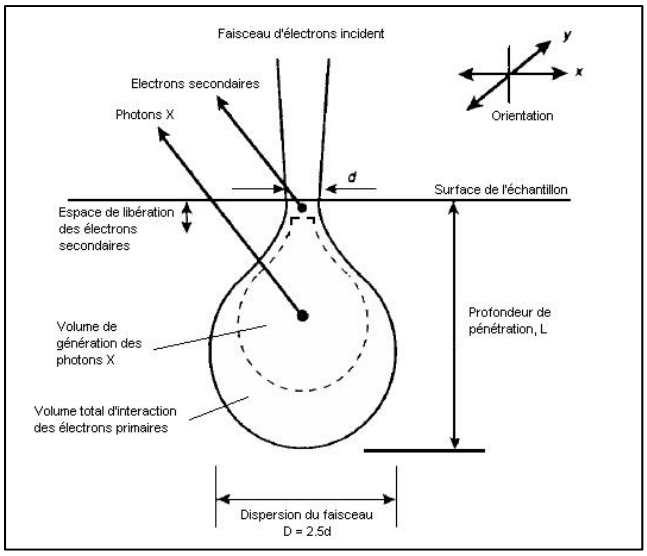


Figure 2.9 Impact du faisceau d'électrons sur l'échantillon produisant différentes émissions (adapté de Humpston et Jacobson, 1993)

Le MEB est équipé de plusieurs détecteurs qui vont captés les électrons émis par la surface observée. Chaque détecteur a une façon particulière d'analyser cette émission en sélectionnant un type d'électrons par exemple. Ainsi un détecteur BSE (Back-Scattered Electrons ou électrons rétrodiffusés) capte les électrons rétrodiffusés et introduit dans l'image qu'il fournit, en fonction du réglage, soit une différence de topographie soit un contraste chimique qualitatif. Un détecteur EDS va capter, lui, un photon X émis à la suite d'une collision entre un électron primaire (du faisceau) et un électron d'une couche supérieure (Figure 2.10). Ce photon va être caractéristique de l'atome duquel il provient; on obtient alors une analyse chimique de la surface. Il est important de préciser que la grosseur de la poire d'interaction va influencer les analyses chimiques car les résultats vont être affectés par le matériau environnant qui peut être de composition différente de celle du point visé (Humpston et Jacobson, 1993; Perrin, 2007). Les réglages d'un tel microscope sont importants et peuvent être chronophages par rapport à ceux d'un microscope optique.

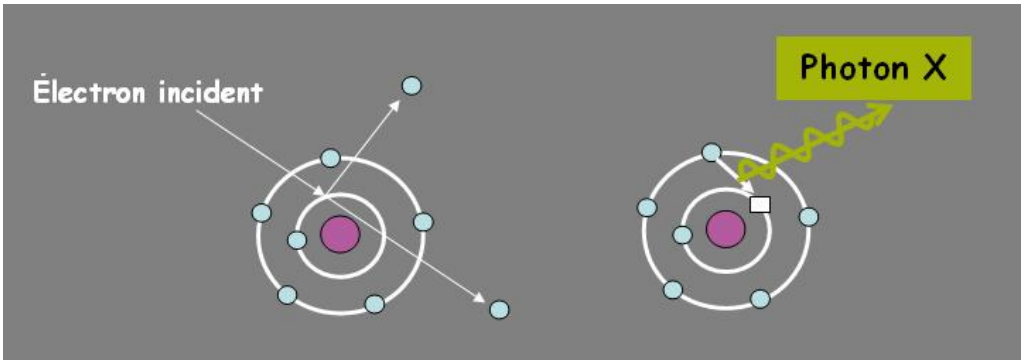


Figure 2.10 Principe de l'analyse par détecteur EDS
(Perrin, 2007)

Les échantillons pour le MEB sont préparés de façon identique à ceux destinés au microscope optique en ce qui concerne le découpage, l'enrobage et le polissage. Cependant, ils ne subissent pas d'attaques chimiques. A la place, ils sont placés dans un vibromètre rempli d'une solution de silice colloïdale pendant 10 à 12h. Cela permet d'éviter d'introduire des différences de niveaux entre les différences phases au contraire de l'attaque chimique. L'analyse chimique n'en sera, elle, que meilleure.

2.5.3.2 Imagerie

Dans un premier temps, il est nécessaire de faire de l'imagerie pour repérer les différentes phases susceptibles de constituer le joint et pour observer leur morphologie. Pour cela, les détecteurs SE (électrons secondaires) et BSE (électrons rétrodiffusés) d'un microscope Hitachi S-3600 sont utilisés. Les images sont faites sous 20 keV à une distance de travail d'environ 10 mm. Les électrons rétrodiffusés minimisent les défauts de la surface comme par exemple les rayures tout en révélant les contrastes chimiques existant entre les phases ce qui permet une bonne identification : les zones claires sont des phases composées d'atomes à numéro atomique élevé et inversement pour les zones foncées. Il faut être prudent, il ne s'agit que d'une analyse qualitative et non quantitative.

2.5.3.3 Analyse chimique

Grâce au MEB, il est possible de connaître relativement précisément la composition chimique des phases, précipités et autres entités constituant le joint. Cette fois, nous utilisons un microscope électronique Hitachi SU-70 à cathode chaude, source dite de type FEG, équipé d'un détecteur EDS lui-même couplé à un logiciel d'acquisition Bruker Quantax. Les analyses chimiques sont faites à 15 keV et à une distance de travail de 20 mm. Il est possible de faire des analyses en pointés, en ligne ou bien encore de réaliser une cartographie complète de la zone étudiée. Ce microscope électronique à balayage ne peut quantifier le bore, l'élément étant trop léger. Or la quantification de cet élément est nécessaire car il joue un rôle important dans la formation des phases de certains alliages de brasage. Ainsi, certaines analyses vont être reprises sur une microsonde atomique équipée de spectromètres WDS. Par la suite, nous désignerons par FEG, le microscope SU-70, par MEB, le microscope S-3600 et par EPMA, la microsonde atomique. Concernant la méthodologie pour l'analyse des compositions chimiques ainsi faites, il faut se reporter à l'ANNEXE IV.

CHAPITRE 3

RESULTATS DES ESSAIS ET DES ANALYSES

3.1 Les essais de mouillage

3.1.1 Résultats des essais de mouillage

Les mesures relevées lors des essais sont présentées de façon « brute » dans les tableaux ci-dessous :

3.1.1.1 Étalements :

Les mesures correspondent à la moyenne de trois mesures de diamètres de la goutte en centimètres (sauf dans certains cas où seulement deux diamètres ont pu être mesurés). Les tableaux concernant la seconde série de mesures, permettant ainsi d'assurer la répétabilité des essais, sont en ANNEXE V.

Tableau 3.1 Diamètres de l'étalement des brasures en cm

Première Série	Introduction pression partielle Ar à **93°C (200°F)**			Introduction pression partielle Ar à **649°C (1200°F)**		
	27 Pa 200 µm	**80 Pa 600 µm**	**133 Pa 1000 µm**	**27 Pa 200 µm**	**80 Pa 600 µm**	**133 Pa 1000 µm**
CPW 296 LCPMC 72001 Bag-13a	1,88	1,65	1,93	1,88	1,60	2,01
LCPMC 72002 Bau-4	1,07	1,09	1,07	1,12	1,24	1,04
CPW 475 LCPMC 72008 Palnicro 36M	1,14	1,17	1,12	1,14	1,32	1,09
AMS 4777 LCPMC 72004	0,97	1,02	1,07	0,97	0,97	0,99
LCPMC 72005 Bni-3	1,17	1,14	1,17	1,19	1,14	0,74
LCPMC 72062 Bau-6	1,04	1,04	0,97	1,07	0,99	1,02
LCPMC 72003 Bcu-1	0,71	0,71	0,74	0,71	0,76	0,71
CPW 494 LCPMC 72014 Bni-1a	0,94	0,94	0,99	1,09	1,07	1,07

	996°C ± 4°C (1825°F)		1066°C ± 4°C (1950°F)		1135°C ± 4°C (2075°F)
	1052°C ± 4°C (1925°F)		1079°C ± 4°C (1975°F)		1121°C ± 4°C (2050°F)

3.1.1.2 Angles mouillage :

Il s'agit également d'une moyenne de deux angles (celui à gauche et celui à droite) en degré. Le tableau de la seconde série de mesures des angles de mouillage est présenté en ANNEXE VI.

Tableau 3.2 Angles de mouillage en degré à différentes pressions et températures d'introduction d'atmosphère

Première série	Introduction de la pression partielle d'argon à **93°C (200°F)**			Introduction de la pression partielle d'argon à **649°C (1200°F)**		
	27 Pa 200 µm	**80 Pa 600 µm**	**133 Pa 1000 µm**	**27 Pa 200 µm**	**80 Pa 600 µm**	**133 Pa 1000 µm**
CPW 296 LCPMC 72001 Bag-13a	4,67	6,93	8,95	6,24	6,77	8,32
LCPMC 72002 Bau-4	4,00	4,06	3,44	3,42	2,61	2,97
CPW 475 LCPMC 72008 Palnicro 36M	3,78	3,57	3,77	3,64	4,18	3,85
AMS 4777 LCPMC 72004	7,11	6,33	4,87	4,74	6,64	6,96
LCPMC 72005 Bni-3	5,40	4,34	4,91	5,11	5,02	5,23
LCPMC 72062 Bau-6	2,71	2,24	2,33	2,22	2,39	2,17
LCPMC 72003 Bcu-1	5,22	4,64	4,32	6,07	4,38	5,57
CPW 494 LCPMC 72014 Bni-1a	11,60	9,43	6,45	7,31	22,84	14,34

996°C ± 4°C (1825°F)	1066°C ± 4°C (1950°F)	1135°C ± 4°C (2075°F)
1052°C ± 4°C (1925°F)	1079°C ± 4°C (1975°F)	1121°C ± 4°C (2050°F)

3.1.2 Analyses des résultats

3.1.2.1 Étude des échantillons

Concernant l'étalement, toutes les brasures se sont répandues sur les plaquettes, certaines plus que d'autres, ce qui montre que les forces de capillarité ont correctement agi. Toutes les brasures ont à peu près le même comportement lors de l'étalement : on obtient au final une goutte de forme circulaire (sauf dans le cas du BAg-13a) avec un diamètre compris entre 0,74 et 1,24 centimètres. Seules les brasures BAg-13a et BCu-1 sont en dehors de cet intervalle.

Pour la BCu-1, cette situation est normale car en prévision, par expérience, d'un étalement excessif, qui n'a pas eu lieu, la quantité de pâte a été diminuée. BAg-13a a, quant à elle, un étalement largement supérieur aux autres brasures et ce dans les deux séries : l'étalement est environ doublé.

Certaines des brasures ont également eu un comportement surprenant en formant des cercles non concentriques (BAu-4) ou des « couronnes » de différentes couleurs (BAg-13a, BCu-1, BNi-2, BAu-6, Palnicro 36M et BNi-1a).

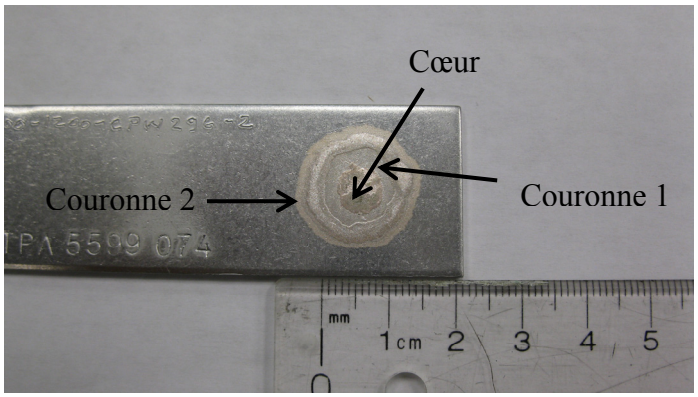


Figure 3.1 Brasure BAg-13a présentant, après brasage : un cœur et deux couronnes périphériques

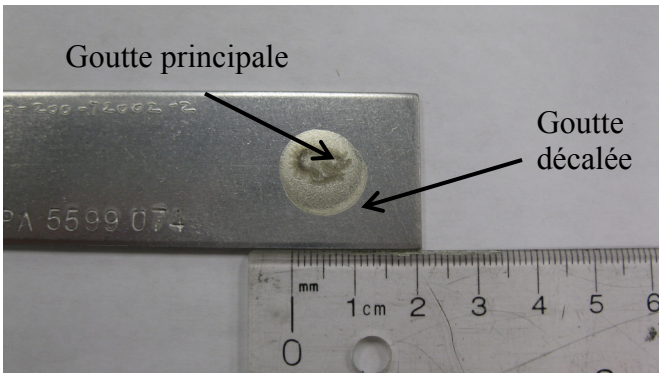


Figure 3.2 Brasure BAu-4 présentant, après brasage, la formation de deux gouttes décalées

Il est important de noter que pour le BAg-13a, bien que cela y ressemble, il ne s'agit pas de liquation (séparation de phases lors de l'intervalle solidus-liquidus): des tests, ayant le même résultat, ont été réalisés avec une température de palier plus basse évitant ainsi un arrêt dans l'intervalle liquidus-solidus connu pour favoriser la liquation. Pour la formation des couronnes de différentes colorations, il pourrait s'agir d'une différence de phases. Il s'agit peut être aussi d'un phénomène propre à nos essais car alors la brasure n'est pas encadrée par deux plaquettes du métal de base mais seulement une.

3.1.2.2 Difficultés de mesures

Certaines mesures dans le cas de la mesure de l'angle ont été difficiles à réaliser (Figure 3.4). En effet, en règle générale, le métal d'apport pénètre peu dans le métal de base : le contraste entre les deux métaux est alors bien visible au microscope et l'angle de mouillage est facile à mesurer (Figure 3.3). En revanche, les brasures BNi-1a et BAu-6 ont beaucoup plus « attaqué » le métal de base que la normale : la limite entre les deux est beaucoup moins claire et nous sommes alors obligés d'user d'artifices pour mesurer l'angle comme ajouter une ligne horizontale qui permet de repérer et de déterminer la séparation métal de base/métal d'apport. Grâce à cette ligne que l'on déplace parallèlement le long du métal de base, on repère l'angle de mouillage lorsqu'elle n'est plus parallèle. Elle sert également de ligne de référence pour mesurer l'angle puisqu'elle délimite la séparation entre le métal de base et le métal d'apport (Figure 3.4).

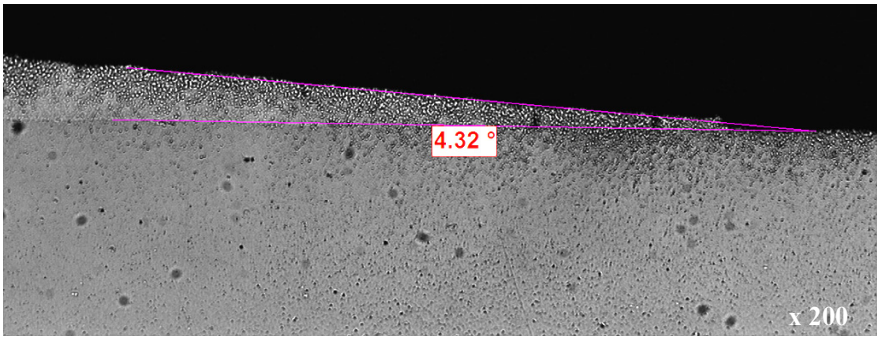


Figure 3.3 Image d'un angle de mouillage facile à observer et à mesurer (BCu-1)

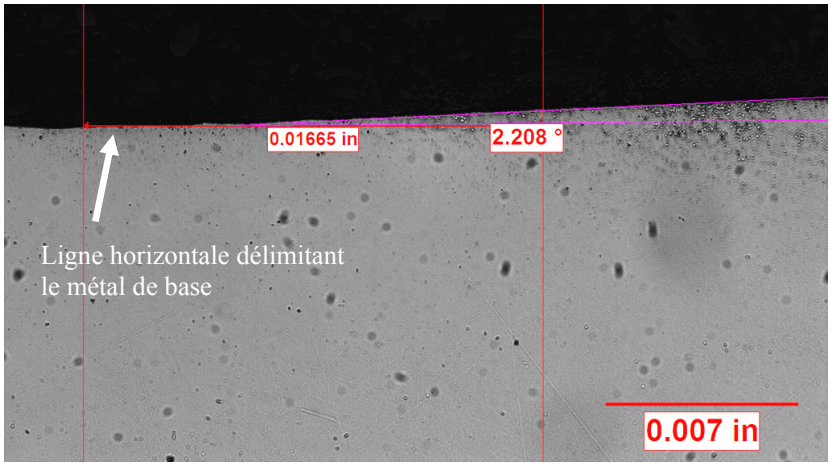


Figure 3.4 Image d'un angle de mouillage peu visible qui nécessite l'usage d'artifices pour la mesure (BAu-6)

La brasure BAg-13a a, quant à elle, posé d'autres difficultés du fait de son important étalement (Figure 3.5). Elle ne s'étale pas sous une forme circulaire aussi parfaite que les autres brasures et donc les « diamètres » mesurés sont relativement différents (grand écart-type). De plus, sa forme de profil est très irrégulière. Des zones sont épaisses et d'autres très fines voire invisibles au microscope (Figure 3.5).

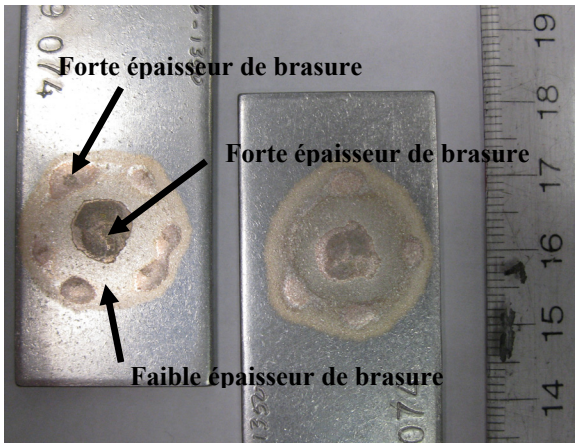
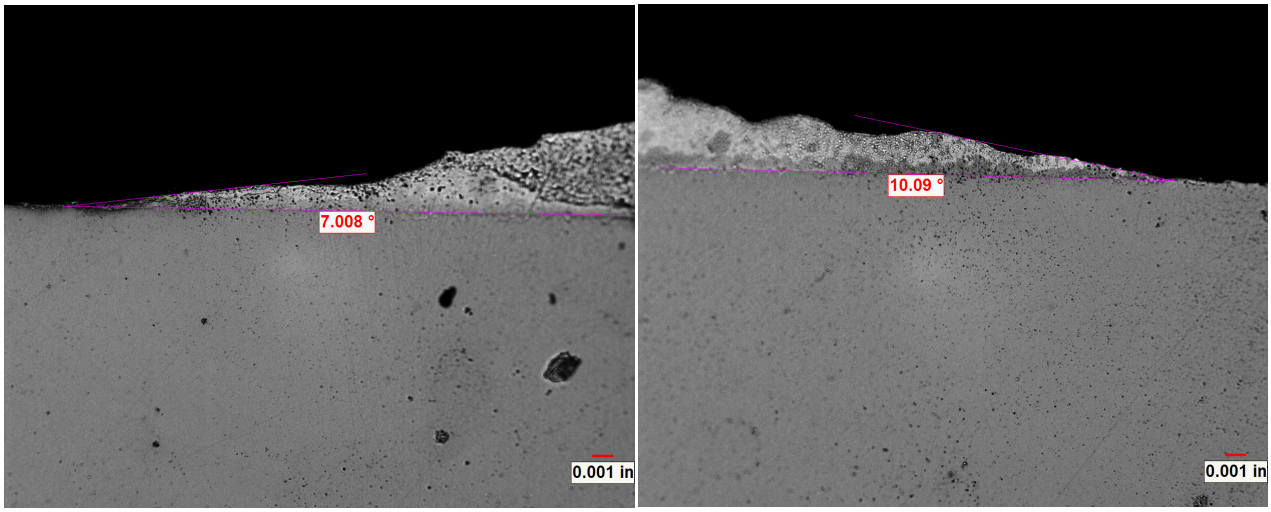


Figure 3.5 Étalement important et irrégulier du BAg-13a

Lorsque ces zones s'alternent, cela crée plusieurs « fronts » susceptibles d'être l'angle de mouillage. De plus, il existe une différence non négligeable entre les mesures d'angles à

droite et à gauche (Figure 3.6). Une moyenne entre les deux angles est alors calculée mais elle a un grand écart-type. Les mesures de ces quelques brasures sont donc nettement moins précises que celles des autres brasures.



(a) (b)

Figure 3.6 Différence importante entre l'angle de mouillage à gauche (a) et celui à droite (b) (BAg-13a)

3.1.2.3 Interprétation des résultats : effets des paramètres du four

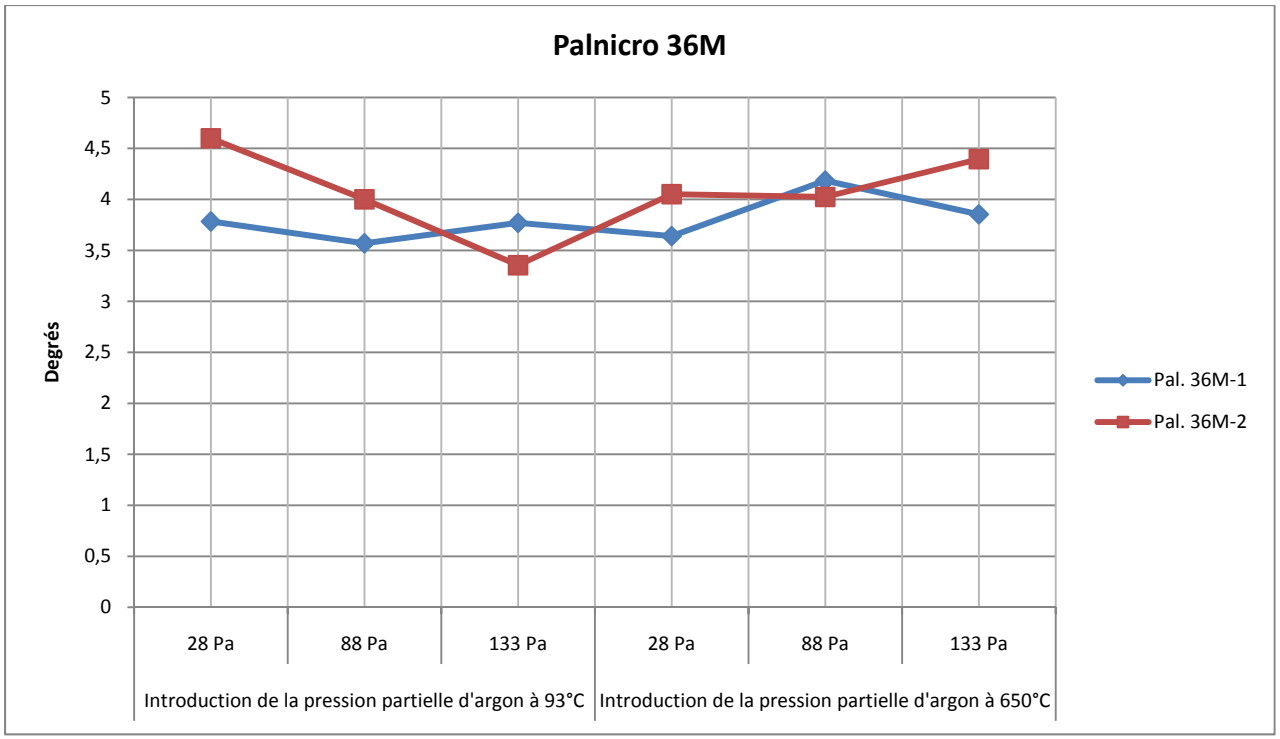
A partir d'un simple aperçu à ces tableaux (Tableau 3.1 et Tableau 3.2), on s'aperçoit qu'aucun angle de mouillage n'excède 23° et même un seul angle se situe entre 15° et 23°. Pour rappel, on parle de mouillage à partir de 90° et de bon mouillage à partir de 45° (AWS, 2007; Schwartz, 1987) Ainsi toutes les brasures possèdent un excellent mouillage sur l'Inconel 625. La valeur de l'angle le plus faible est autour de 2.2°. La majorité des angles de mouillage se situent entre 2 et 10°, ce qui d'après la littérature n'est pas forcément recherché car cela signifie que la brasure est trop fluide et donc que l'écoulement de la brasure n'est pas totalement ou difficilement contrôlable. Cependant, sur les éprouvettes testées, aucun débordement de brasure n'est observé.

Lorsqu'on observe les graphiques (Figure 3.7 et Figure 3.8), il est difficile d'en dégager une tendance, aussi bien sur ceux de l'étalement que ceux des angles de mouillage, donc d'autant plus une loi qui nous permettrait de choisir la meilleure combinaison de paramètres du four. Même pour les brasures Palnicro 36M et BNi-2 dont les deux séries ont été réalisées en même temps (même quantité de pâte et même fournée pour les deux séries) ont des tendances peu similaires voire même contradictoires entre les deux séries.

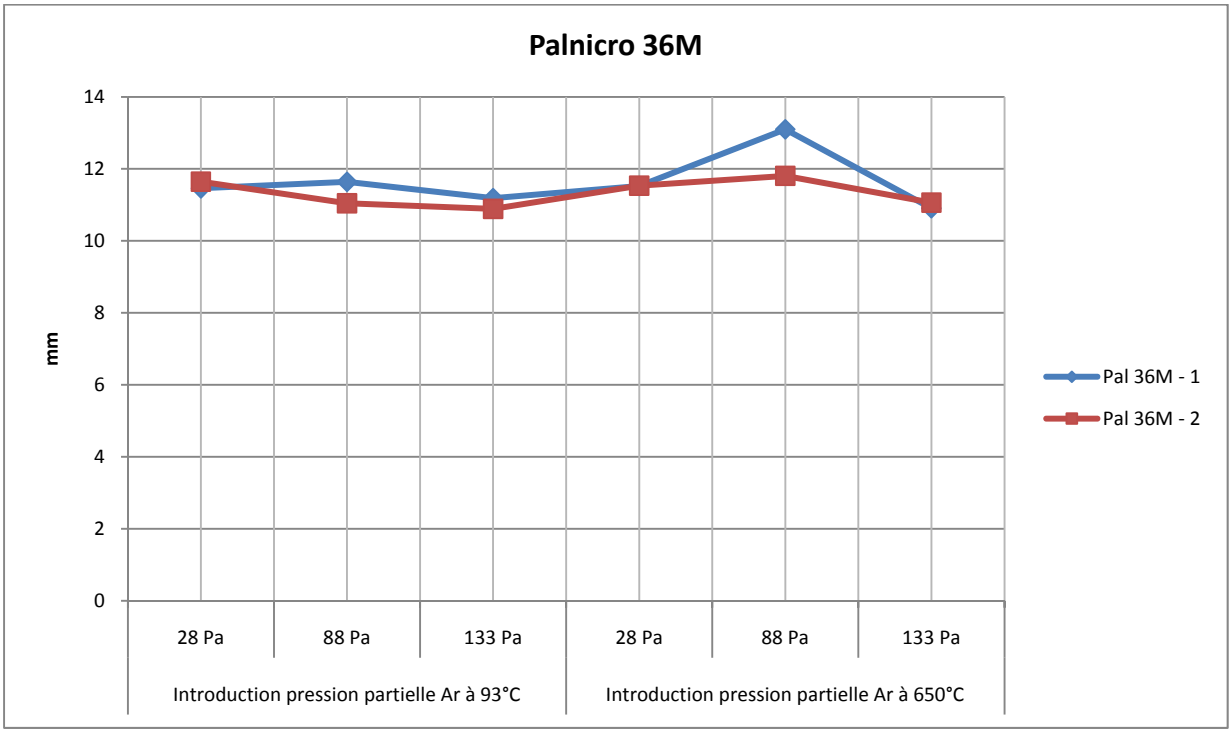
De plus, lorsqu'on observe le Tableau 3.3, qui pour chaque combinaison de paramètres donne le nombre de tests optimums réalisés dans ces conditions : aucune de ces conditions ne se distingue réellement des autres par un nombre bien supérieur. Ainsi il est difficile de distinguer l'influence de paramètres du four sur l'étalement et l'angle de mouillage. On remarque cependant que deux combinaisons seulement sont aussi validées à la fois pour l'étalement et pour l'angle de mouillage : 133 Pa-93°C et 88 Pa-650°C. Pour la suite de l'étude, les recettes de brasage auront la combinaison 133 Pa-93°C car elle est la plus proche des paramètres actuels de P&WC.

Tableau 3.3 Nombre de tests optimums pour les différentes conditions de four lors des essais de mouillage

	93°C			**650°C**		
	28 Pa 200 µm	**88 Pa 600 µm**	**133 Pa 1000 µm**	**28 Pa 200 µm**	**88 Pa 600 µm**	**133 Pa 1000 µm**
Meilleurs étalements	**2**	**0**	**4**	**3**	**4**	**2**
Meilleurs angles de mouillages	**1**	**3**	**4**	**1**	**5**	**2**

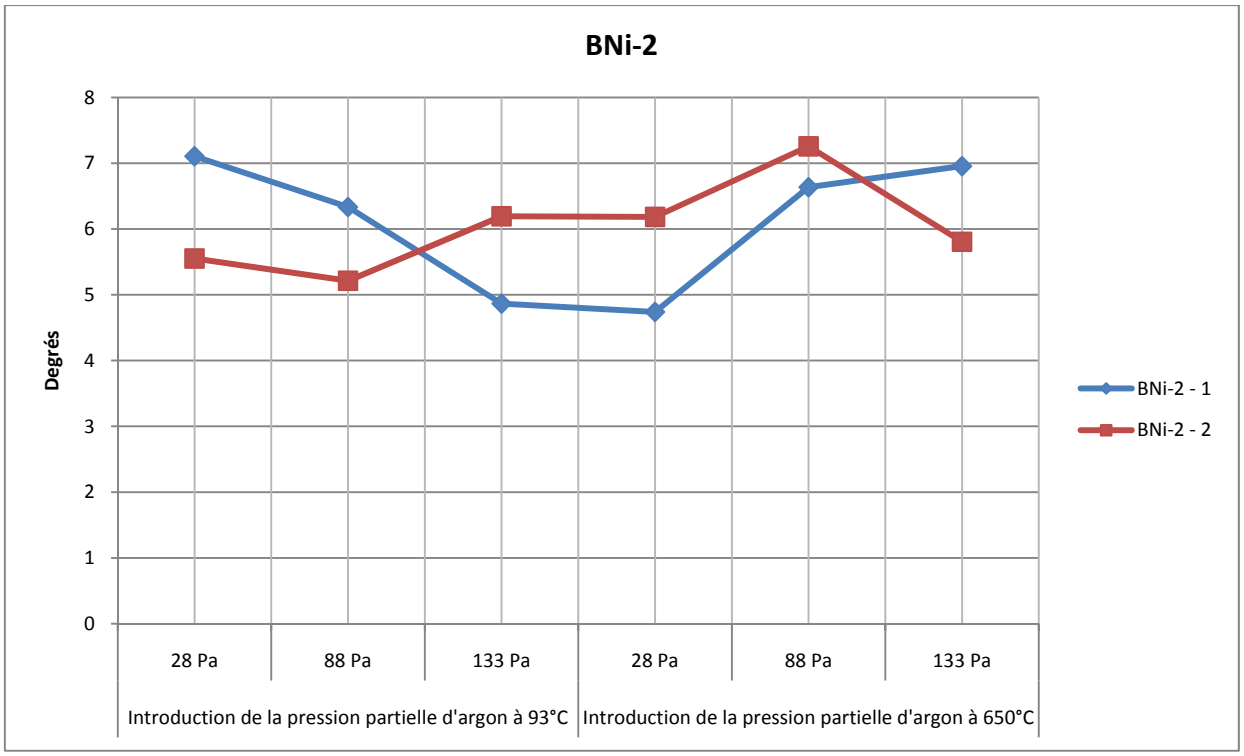


(a)

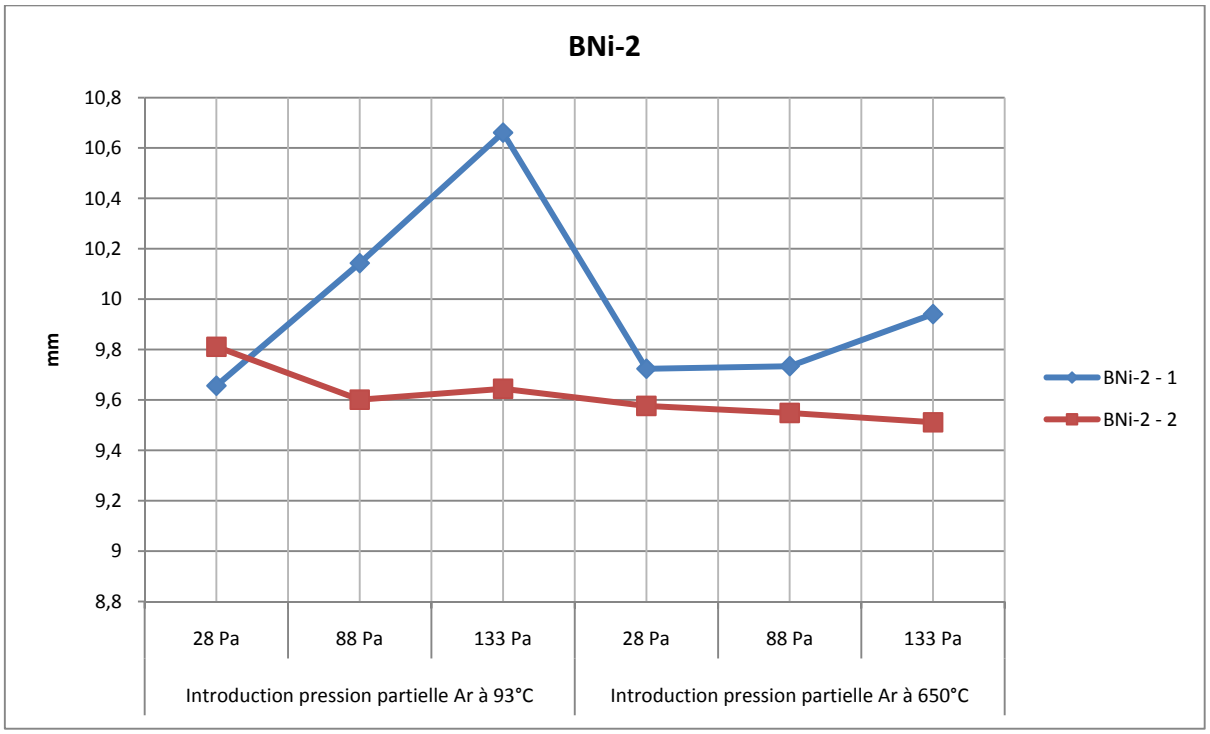


(b)

Figure 3.7 Angles (a) et étalements (b) de mouillage pour Palnicro 36M



(a)



(b)

Figure 3.8 Étalements et angles de mouillage BNi-2

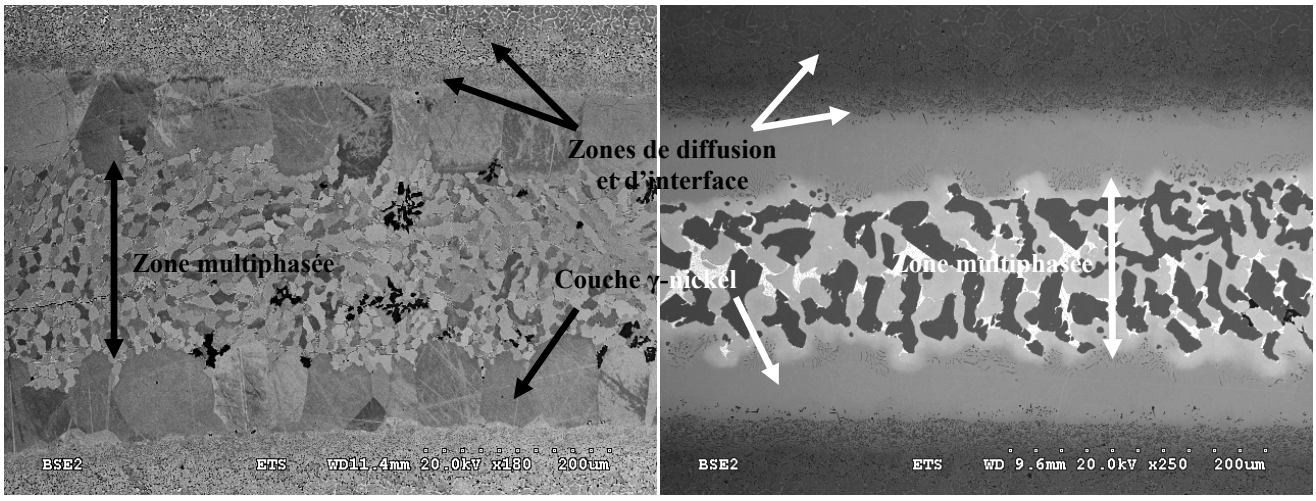
3.2 Les joints brasés avec les alliages à base nickel

3.2.1 La morphologie générale

Tous les échantillons qui ont été brasés avec une pâte au nickel dans cette étude, présentent des phases dites eutectiques. La morphologie générale des différents joints est similaire même si le nombre de phases et leur composition varient en fonction de la brasure utilisée. Lorsqu'on se place au grand écartement, à côté de l'ouverture du joint et que l'on se déplace dans le joint perpendiculairement à ce dernier, on rencontre plusieurs zones (Figure 3.9) :

- une zone de diffusion,
- une interface, lorsque la démarcation entre le métal de base et la brasure est nette ou une zone d'interface dans le cas contraire,
- une zone de solution solide de γ-nickel,
- une zone multiphasée.

Le joint est symétrique, la zone eutectique étant son axe de symétrie, donc le bas du joint montre également une autre interface et une autre zone de diffusion.



(a) (b)

Figure 3.9 Images MEB en mode BSE décrivant les différentes composantes de joints brasés 150 minutes (a) BNi-2 et (b) Palnicro 36M

Les échantillons ont été observés pour des temps de brasage de 15 et 150 minutes. Quasiment aucune différence au niveau des phases en présence n'a été constatée. Les différences entre les deux sortes d'échantillons résident principalement dans les dimensions des différentes zones. Par exemple, la zone de diffusion est plus large au bout de 150 minutes qu'au bout de 15 minutes. Également, la MBC est plus grande à 150 minutes qu'à 15 minutes. Comme le but de cette étude était d'identifier les phases en présence pour les différents alliages, nous n'avons pas spécialement étudié ces aspects. Concernant l'écartement d'un joint, outre la présence d'eutectiques au-delà de la MBC, les quelques éléments distinctifs présents sur la longueur du joint sont détaillés dans les prochains paragraphes.

3.2.2 Les zones d'interface et de diffusion

De façon générale, l'interface joint/métal de base est peu visible, elle n'est jamais une ligne franche et bien délimitée comme cela peut être le cas pour d'autres alliages de brasage, à base d'or par exemple (§ 3.3). Cette constatation est probablement le résultat de l'importante diffusion/dissolution qu'il y a entre le joint et le métal de base pour les alliages au nickel (Figure 3.10).

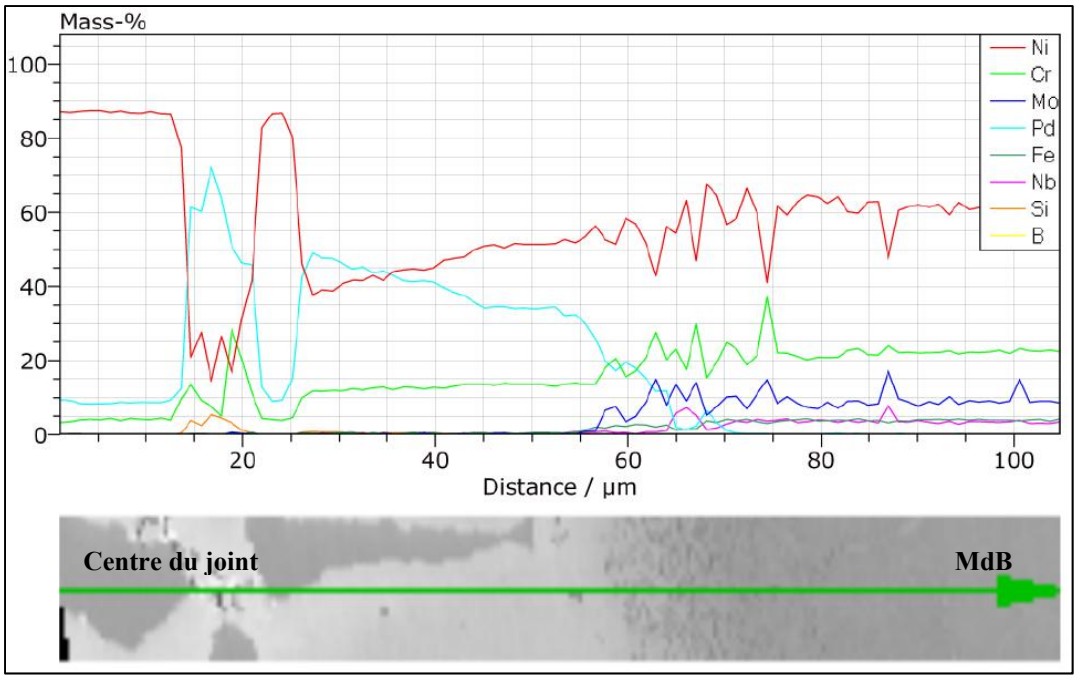
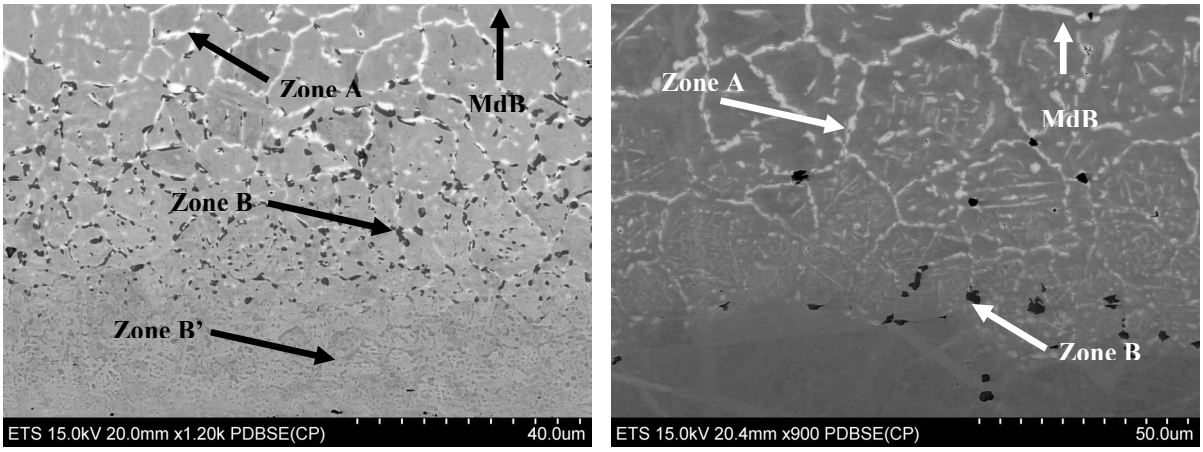


Figure 3.10 Profil de composition FEG de l'interface d'un joint Palnicro 36M brasé 15 minutes sur de l'Inconel 625 montrant l'importante dissolution/diffusion entre le métal de base et le joint mise en évidence par les pentes de transition relativement douces entre les deux domaines

Les zones d'interface et de diffusion des différents alliages au nickel présentent de nombreux points de ressemblance. En partant du métal de base vers le joint, on observe une première zone de précipitation qui a lieu aux joints de grains du métal de base et dont les précipités ont une forme fine et allongée. Leur contraste sur une image en BSE est particulièrement clair, d'un niveau de gris presque blanc, ce qui indique la présence d'un ou plusieurs éléments à haut numéro atomique. Ce sera la zone A (Figure 3.11). Cette première zone est suivie d'une seconde zone de précipités complètement différents. Il s'agit de précipités foncés, de petite taille (1-3 µm) et de forme ronde. Ils se répartissent dans les grains du métal de base et non plus seulement aux joints. Cette zone a été nommée zone B (Figure 3.11). Enfin, cette seconde zone peut être suivie d'une troisième qui présente le même type de précipitation mais ayant un contraste chimique plus clair. Ce cas de figure se retrouve pour les alliages BNi-2 et BNi-3. Cette zone porte désormais l'appellation zone B' (Figure 3.12).



(a) (b)

Figure 3.11 Images FEG en BSE des interfaces et zones de diffusion des alliages (a) BNi-2 et (b) BNi-1a tous deux brasés 150 minutes

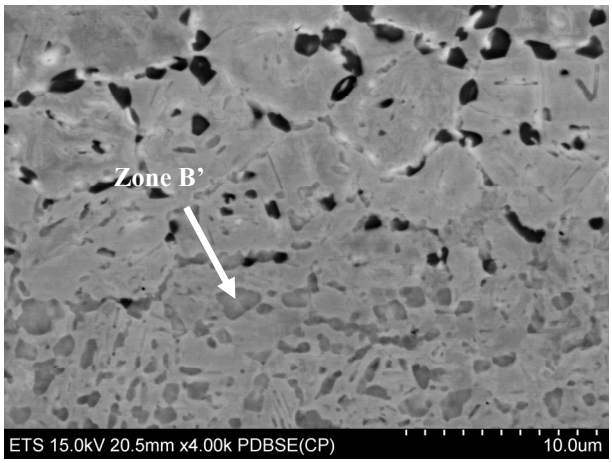


Figure 3.12 Image FEG en BSE de la zone B' d'un joint de BNi-2 brasé 150 minutes

Les paragraphes suivants présentent plus en détails ces zones. Des hypothèses concernant l'apparition et la formation de ces deux principales zones sont développées au chapitre 4 de discussion.

3.2.2.1 Zone A

La précipitation dans la zone A est une précipitation le long des joints de grains du métal de base. Comme précisé précédemment, les images prises au microscope électroniques (Figure 3.13) en mode électrons rétrodiffusés montrent une précipitation très claire donc la composition doit contenir des éléments avec un numéro atomique élevé, en quantité non négligeable.

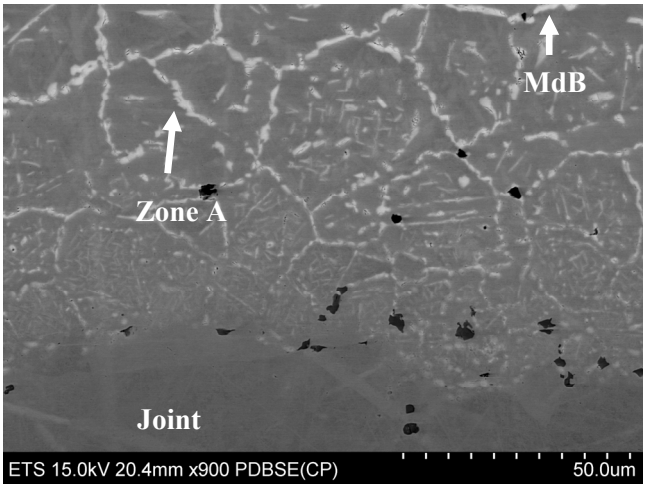


Figure 3.13 Image FEG en BSE de la zone de précipitation A possédant un contraste clair à l'interface d'un joint BNi-1a brasé 150 minutes

Tableau 3.4 Relevés de compositions chimiques, en pourcentages massiques, des précipités de la zone A située dans la zone de diffusion, analysés au FEG et à l'EPMA (voir ANNEXES VII à X pour la suite des pointés et les images)

Alliage	Ni	Cr	Fe	Si	B	Pd	Mo	Nb	Total	Phase	MEB
BNi-1a (150 min)	5,72	22,93	0,75	0,08	0,00		52,56	7,82	91,13	Zone A	FEG
	1,90	0,67	0,10	0,00	1,14		2,53	84,05	90,39	Zone A	EPMA
	7,40	23,59	1,20	0,01	9,45		53,07	7,14	101,85	Zone A	EPMA
Palnicro 36M (15 min)	16,13	51,41	0,26	0,09	0,00	12,82	2,37	0,19	83,27	Zone A	FEG
	47,57	16,71	0,71	0,41	0,00	29,02	0,65	0,55	95,62	Zone A	FEG
BNi-2 (150 min)	26,46	20,95	2,36	0,06	0,00		30,99	6,76	87,56	Zone A	FEG
	31,07	22,70	2,61	0,03	5,57		36,17	6,10	104,24	Zone A	EPMA
BNi-3 (150 min)	24,94	21,55	1,92	0,09	0,00		37,00	5,43	90,93	Zone A	FEG
	10,72	21,87	0,90	0,01	9,84		55,50	7,79	106,64	Zone A	EPMA
	25,30	23,22	1,62	0,02	7,65		44,29	9,00	111,09	Zone A	EPMA

Les analyses chimiques de cette zone (Tableau 3.4) montrent en effet la présence importante de molybdène et/ou de niobium selon les différentes brasures. Dans le Palnicro 36M, on note en plus la présence de palladium qui ne s'explique pas vraiment car le palladium est un élément qui diffuse peu dans ces types de brasures. Les relevés à la microsonde atomique ont également permis de mette en évidence deux types de précipitations dans cette zone : les précipités longs et fins, disposés le long du joint de grains sont composés principalement de molybdène, de chrome et de bore alors que d'autres précipités, de niveau de gris quasi-identique, localisés surtout aux niveaux des points triples de joints de grains, sont constitués en majeure partie de niobium (Tableau 3.4 et Figure 3.14). Cette zone A marque à peu près la fin de la diffusion du bore dans le métal de base (Figure 3.15).

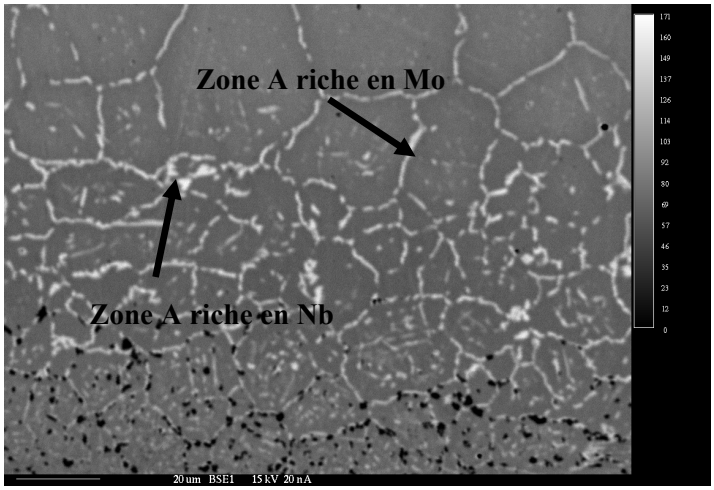
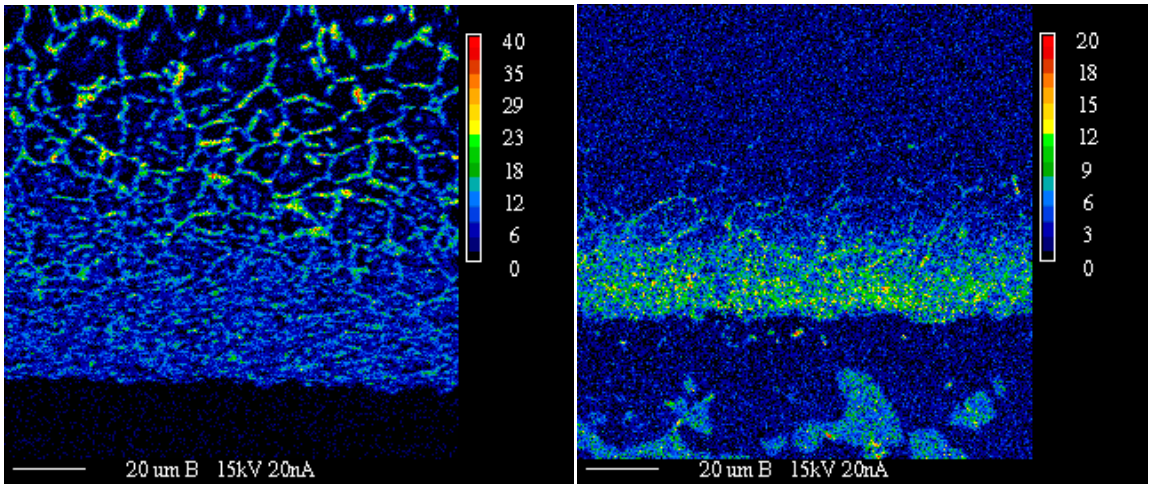


Figure 3.14 Image EPMA en mode BSE montrant les deux types différents de précipités dans la zone A à l'interface d'un joint de BNi-3 brasé 150 minutes



(a) (b)

Figure 3.15 Cartographies EPMA du bore dans des joints brasés (a) BNi-2 pendant 150 minutes et (b) Palnicro 36M pendant 15 minutes montrant que la zone A marque la fin de la diffusion du bore dans le métal de base

On suppose que cette précipitation a lieu uniquement à cause de la présence de bore en grande quantité. Or cet élément présente de fortes affinités avec le molybdène et le chrome et forme ainsi des borures. A partir du tableau, on peut supposer une composition du type $Cr_3Mo_3B_4$ pour cette précipitation. Une question importante doit être désormais posée : cette précipitation affecte-t-elle les propriétés mécaniques du joint? Pour y répondre dans une prochaine étude, des essais mécaniques doivent être réalisés.

3.2.2.2 Zones B et B'

Les zones B et B' sont des zones de fines précipitations (Figure 3.16). D'après les relevés d'analyses chimiques (Tableau 3.5), ces précipités sont des borures de chrome.

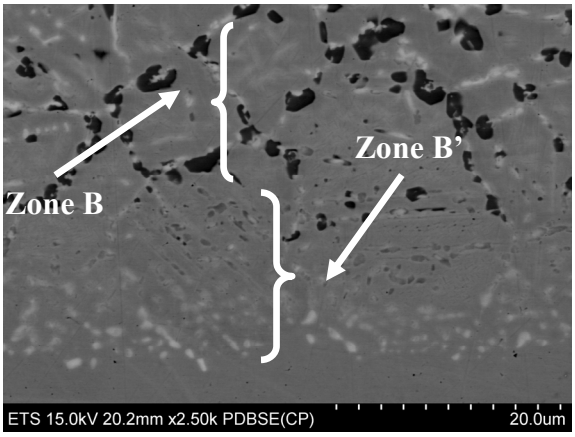


Figure 3.16 Image FEG en mode BSE des zones B et B' au niveau de l'interface d'un joint BNi-3 brasé 150 minutes

Tableau 3.5 Relevés des compositions chimiques des précipités, en pourcentages massiques, des zones B et B' situées à l'interface dans la zone de diffusion, analysés au FEG et à l'EPMA (voir ANNEXES VII à X pour la suite des pointés et les images)

Alliage	Ni	Cr	Fe	Si	B	Pd	Mo	Nb	Total	Phase	MEB
BNi-1a (150 min)	4,58	64,22	1,10	0,07	0,00		15,41	0,43	85,82	Zone B	FEG
	15,10	57,51	1,94	0,32	10,61		14,37	0,66	100,52	Zone B	EPMA
Palnicro 36M (15 min)	53,91	18,37	2,85	0,03	0,00	10,32	7,03	1,18	93,68	Zone B	FEG
	62,25	17,23	3,75	0,21	0,00	4,70	6,22	1,65	96,01	Zone B	FEG
BNi-2 (150 min)	48,07	23,41	3,68	0,84	0,00		13,06	2,58	91,65	Zone B'	FEG
	49,72	23,87	4,17	0,94	5,00		11,63	2,48	97,81	Zone B'	EPMA
	38,75	30,81	2,87	0,05	2,58		12,37	5,53	92,95	Zone B	EPMA
BNi-3 (150 min)	18,13	21,63	0,95	0,33	0,00		42,24	3,10	86,39	Zone B'	FEG
	39,47	21,13	1,64	0,49	12,10		31,72	2,30	108,85	Zone B'	EPMA
	22,43	35,86	1,80	0,13	0,01		21,66	2,71	84,59	Zone B/B'	FEG
	9,53	61,62	1,19	0,06	0,01		10,89	0,90	84,21	Zone B	FEG
	9,27	65,94	1,31	0,02	10,58		12,68	0,84	100,64	Zone B	EPMA

Concernant la formulation de tels précipités, cela dépend fortement de la zone étudiée, B ou B', et de la brasure employée. Après observations du tableau, on remarque que les zones B des différents alliages de brasage sont très proches les unes des autres en termes de compositions chimiques. Si l'on converti les résultats massiques en pourcentages atomiques, on remarque que les précipités de la zone B ayant un sombre niveau de gris sont principalement des borures de chrome de formule CrB. En revanche, les précipités proches

du joint (zone B') sont plus riches en éléments lourds (donc plus clair en termes de contraste BSE) et change d'un alliage à l'autre (Figure 3.16).

D'après le Tableau 3.5, en passant de la zone B à la zone B', le pourcentage de chrome chute au profit de celui de nickel (surtout dans le cas du BNi3). Le pourcentage de bore a, quant à lui, légèrement augmenté. Cette constatation est somme toute logique car les précipités de la zone B' sont plus proches du joint, qui lui est plus chargé en nickel et en bore et moins en chrome que le métal de base. Par contre, le pourcentage en molybdène des précipités de la zone B', dans le cas du BNi-3, a augmenté de façon spectaculaire alors que l'on se rapproche du joint dans lequel il n'y pas de trace de molybdène. Il est beaucoup plus délicat de donner une formule aux précipités de cette zone B'. De plus, les analyses manquent probablement un peu de précision du fait de la faible taille des précipités. Concernant l'évolution de ces zones en fonction tu temps de brasage, on remarque que les zones B et B' ont toutes deux augmenté dans le temps ce qui est normal aux vues de la diffusion/dissolution plus importante. En revanche, la zone B a augmenté de façon plus importante que la zone B', phénomène sûrement dû à la plus grande mobilité des atomes de chrome et de bore qui composent cette zone (voir ANNEXE XVI).

3.2.3 La solution solide de γ-nickel

La phase γ se présente sous la forme de couches relativement uniformes (Figure 3.17). Elle est la première phase à se solidifier (Tung, Lim et Lai, 1995) ainsi elle rejette tous les éléments qu'elle ne peut dissoudre. Il s'agit en général d'éléments ayant un rayon atomique éloigné de celui du nickel, le bore ou le molybdène par exemple, car alors il ne sera pas possible, pour cet atome, de se substituer à un atome de nickel. Ainsi, cette phase est riche en nickel et en atomes de même rayon atomique. Sur les images de la figure, différentes solutions-solides de γ-nickel, en fonction de l'alliage de brasage, sont présentées ; peu de différences sont visibles. En revanche, les compositions des phases γ-nickel formées ne sont pas les mêmes d'un alliage à l'autre (Tableau 3.6 et ANNEXES VII à X, pour la totalité des analyses) :

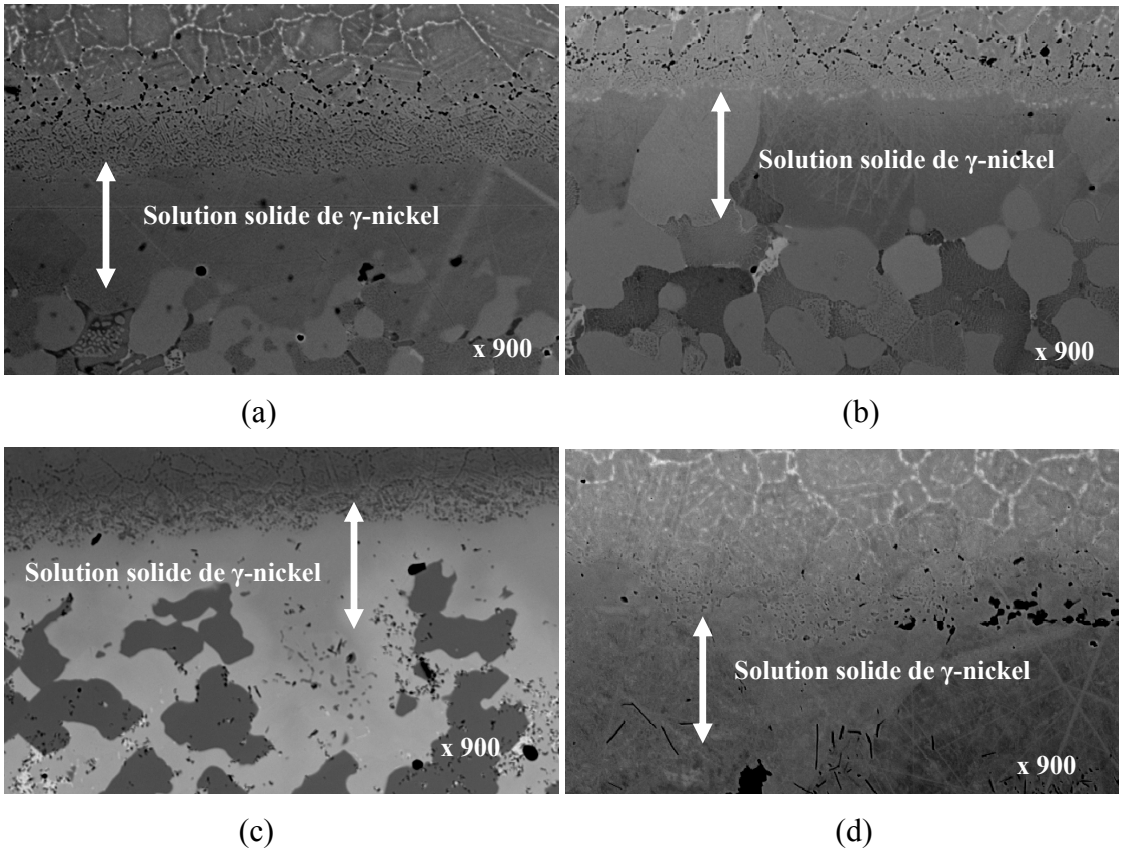


Figure 3.17 Images MEB en BSE des différentes couches de solution solide γ-nickel pour des joints brasés 15 minutes (a) BNi-2, (b) BNi-3, (c) Palnicro 36M et (d) BNi-1a

Tableau 3.6 Relevé des compositions au FEG, en pourcentages massiques, de la phase solution-solide γ-nickel pour des joints brasés avec du BNi-1a, Palnicro 36M, BNi-2 et BNi-3 (voir ANNEXES VII à X pour la suite des pointés et les images)

Alliage	Ni	Cr	Fe	Si	B	Pd	Mo	Nb	Total	Phase
BNi-1a (150 minutes)	74,10	15,09	5,82	3,36	0,00		1,04	0,19	99,59	γ
	71,37	14,61	6,04	3,17	0,00		0,74	0,16	96,09	γ
Palnicro 36M (15 minutes)	49,46	13,17	0,31	0,37	0,00	33,09	0,46	0,19	97,05	γ
	48,62	13,46	0,26	0,37	0,00	32,65	0,44	0,24	96,04	γ
BNi-2 (150 minutes)	77,20	8,74	4,29	3,77	0,00		0,15	0,00	94,15	γ
	76,57	8,60	4,20	3,60	0,00		0,10	0,00	93,08	γ
BNi-3 (150 minutes)	81,30	8,47	1,89	2,29	0,00		2,08	1,08	97,11	γ
	81,86	7,85	1,74	2,42	0,00		1,78	1,04	96,68	γ

3.2.4 La zone multiphasée

Cette zone est particulièrement complexe quelque soit l'alliage de brasage. Dans le cas le plus simple du BNi-3, on se retrouve avec un système ternaire Ni-B-Si et dans les trois autres cas avec un système quaternaire Ni-B-Si-Cr voire avec un système à 5 éléments si on considère le rôle joué par le palladium dans la pâte à braser Palnicro 36M. Il faut également prendre en compte, pour certaines phases, la dissolution du métal de base dans le joint brasé ce qui amène de nouveaux éléments chimiques au sein de la brasure. Lors de l'utilisation de l'Inconel 625, du molybdène et du niobium se sont alors introduits dans la brasure. Tout ceci complexifie d'autant plus le système d'éléments de base avec lequel on travaille.

Par des observations et des analyses, on remarque la présence de phases simples constituées de composés définis, de phases simples avec une précipitation de composés définis, de précipités qui sont reconnaissables à leur forme et enfin de phases eutectiques composées, comme tout eutectiques de plusieurs sous-phases (Figure 3.18).

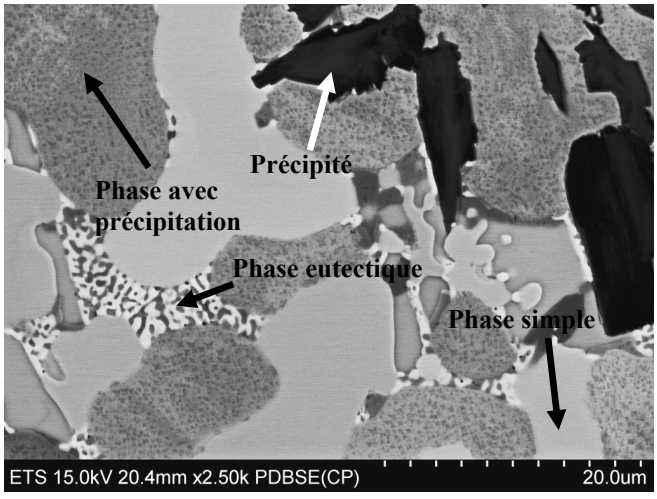


Figure 3.18 Image FEG en mode BSE de la zone multiphasée d'un joint de BNi-2 brasé 150 minutes

Le Tableau 3.7 récapitule les phases simples et eutectiques ainsi que les précipités, qui ont été trouvées lors des analyses chimiques dans la zone multiphasée. On note la présence

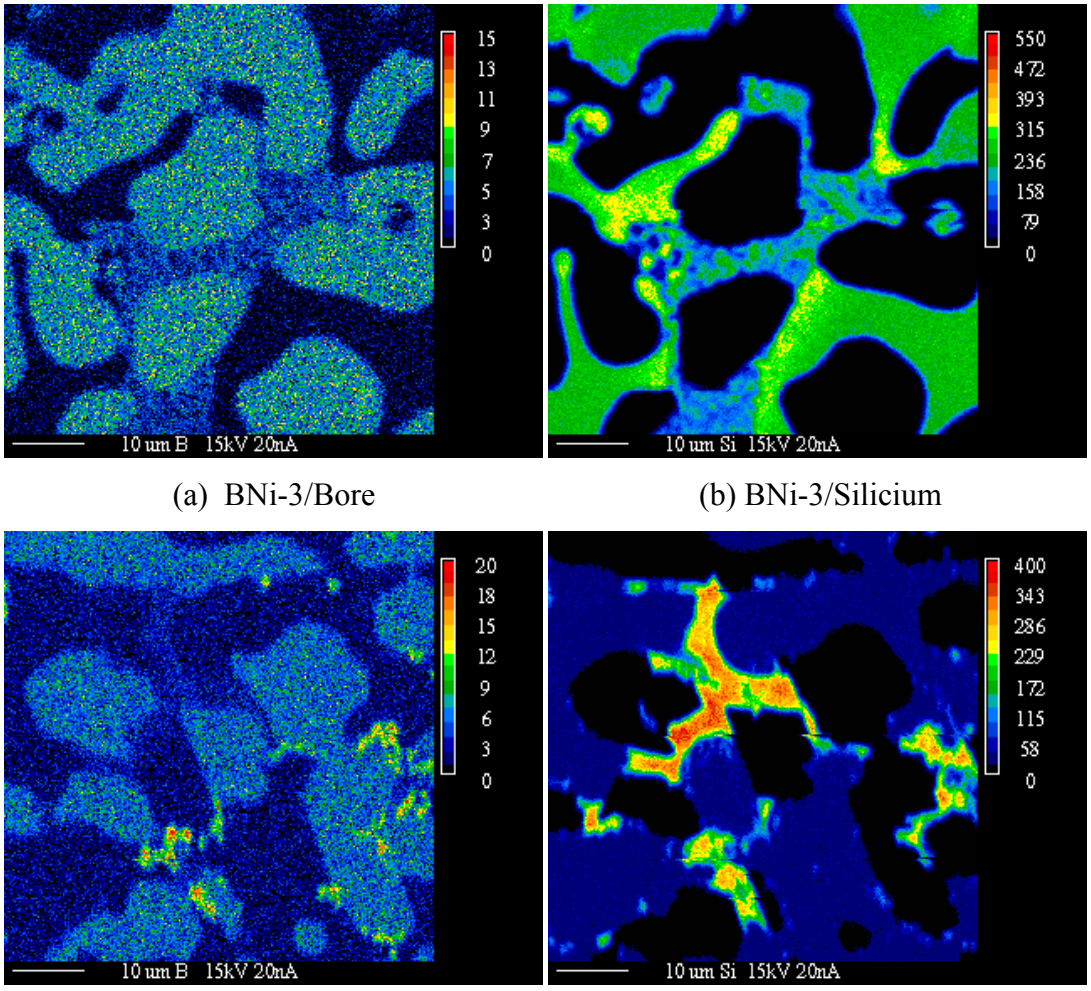
systématique de la phase de solution solide de nickel parmi les phases simples mais aussi parmi les sous-phases des eutectiques. Ainsi la solution solide de nickel se retrouve dans différentes zones du joint et à différentes échelles de taille. D'autres phases se retrouvent également dans les différentes brasures. Citons, par exemple, la phase simple constituée de bore et de nickel présente dans les joints formés par BNi-2, BNi-3 et Palnicro 36M

Tableau 3.7 Tableau récapitulatif des différentes phases présentes dans la zone polyphasée des joints brasés réalisé à partir des analyses chimiques du FEG et de l'EPMA

	Brasures				
Principaux éléments	BNi-3 (150 min)	BNi-2 (150 min)	BNi-1a (150 min)	Palnicro 36M (15 min)	**types**
Ni-B	x	x		x	phase simple
γ-Nickel	x	x	x	x	phase simple
Ni-Nb-B			x		phase simple
Ni-Si		x			phase simple
Ni-B	x				phase eutectique
γ-Nickel	x	x	x	x	phase eutectique
Ni-Nb-B	x	x	x		phase eutectique
Pd-Si-Ni				x	phase eutectique
Ni-Si			x		phase eutectique
Précipités		Cr-B-Mo	Cr-Mo-B-Ni	Pd-Cr-B	précipités

Avant de passer à la description des différents types de phase, il faut noter que les phases de la zone multiphasée sont riches en éléments bore ou silicium (Figure 3.19). Ces cartographies permettent de mettre en relief le fait que le bore et le silicium ne s'associent jamais : là où l'un est présent, l'autre est inexistant. Le bore a une forte interaction avec le nickel, le chrome et le molybdène car il se retrouve souvent associé à ces éléments. Le silicium, quant à lui, semble particulièrement attiré par le palladium dans le cas du Palnicro 36M et il

s'associe volontiers avec le nickel pour former la solution solide de nickel ou les siliciures de nickel.



(a) BNi-3/Bore (b) BNi-3/Silicium

(c) Palnicro 36M/Bore (d) Palnicro 36M/Silicium

Figure 3.19 Cartographies EPMA des éléments bore et silicium pour les alliages de brasage BNi-3, brasé 150 minutes (a et b) et Palnicro 36M, brasé 15 minutes (c et d) montrant la non-compatibilité entre le bore et le silicium

3.2.4.1 Les phases simples ou composés définis

Parmi les éléments importants constituant la zone multiphasée du centre du joint se trouvent les phases simples qui sont en général des composés définis. Il ne faut pas les confondre avec

les phases eutectiques comme c'est souvent le cas dans la littérature sur le brasage d'alliages au nickel car ces phases apparaissent le plus souvent avant la phase eutectique lors de la solidification isotherme puis lors du refroidissement et ils ont une composition chimique relativement bien définie.

Le BNi-3, le BNi-2 et le Palnicro 36M ont en commun un seul composé défini, le borure de nickel dont la composition, à première vue, est Ni_4B (Tableau 3.8). Seul BNi-1a ne possède pas cette phase. BNi-1a se distingue par l'importante différence entre ses composés définis et ceux des autres alliages au nickel étudiés ici car le composé du BNi-1a contenant du nickel et du bore possède également une quantité non négligeable de niobium. Le niobium provenant du métal de base, cela indique que la dissolution du métal de base dans le joint est plus importante dans BNi-1a. Cela peut être dû à sa haute température de brasage 1135°C (2075°F) ce qui favorise la dissolution. Mais aussi, la différence de teneur en chrome entre BNi-1a et BNi-2, peut être à l'origine de cette différence de dissolution : le chrome a pu modifier les domaines de chaque phase présente et ainsi augmenter la dissolution du métal de base pour rééquilibrer la compatibilité entre le joint et le métal de base.

Tableau 3.8 Relevés de compositions chimiques réalisés à la microsonde atomique, en pourcentages massiques, des composés définis pour Ni-B
(voir ANNEXES VII à X pour la suite des pointés et les images)

Alliage	Ni	Cr	Fe	Si	B	Pd	Mo	Nb	Total	Phase	MEB
Palnicro 36M (15 min)	81,75	3,91	0,00	0,01	4,02	8,28	0,00	0,02	97,99	Ni-B	EPMA
BNi-2 (150 min)	88,75	4,36	1,63	0,05	4,57		0,00	0,07	99,43	Ni-B	EPMA
BNi-3 (150 min)	94,23	0,44	0,07	0,03	4,29		0,04	0,04	99,14	Ni-B	EPMA

3.2.4.2 Les phases eutectiques

Dans le cas du BNi-2 et du Palnicro 36M, les phases eutectiques sont dits binaires car ils ne présentent que deux sous-phases. Ils sont donc le résultat du passage d'un eutectique binaire. Par contre dans le cas du BNi-3 et du BNi-1a, les phases eutectiques sont le résultat du

passage d'un point eutectique ternaire car elles contiennent trois sous-phases Dans tous les cas, la forme prise par les phases eutectiques n'est celle que l'on attend pour une phase eutectique « classique » : il ne s'agit pas de lamelles superposées mais de deux ou trois sous-phases entremêlées les unes aux autres (Figure 3.20). Les zones eutectiques sont généralement assez petites, de l'ordre de 10 à 15 µm. Ceci vient probablement du fait que les phases eutectiques se solidifient en tout dernier. Du fait la taille des phases constituantes, les mesures d'analyses chimiques sont peu précises car le faisceau du microscope électronique est alors de l'ordre de grandeur des phases.

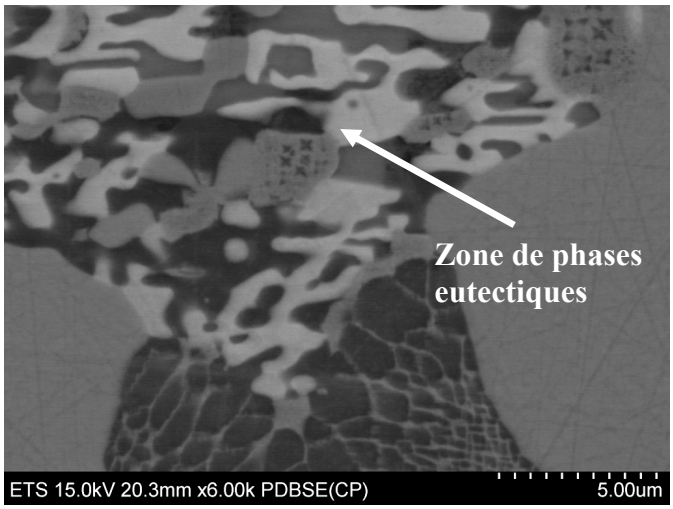


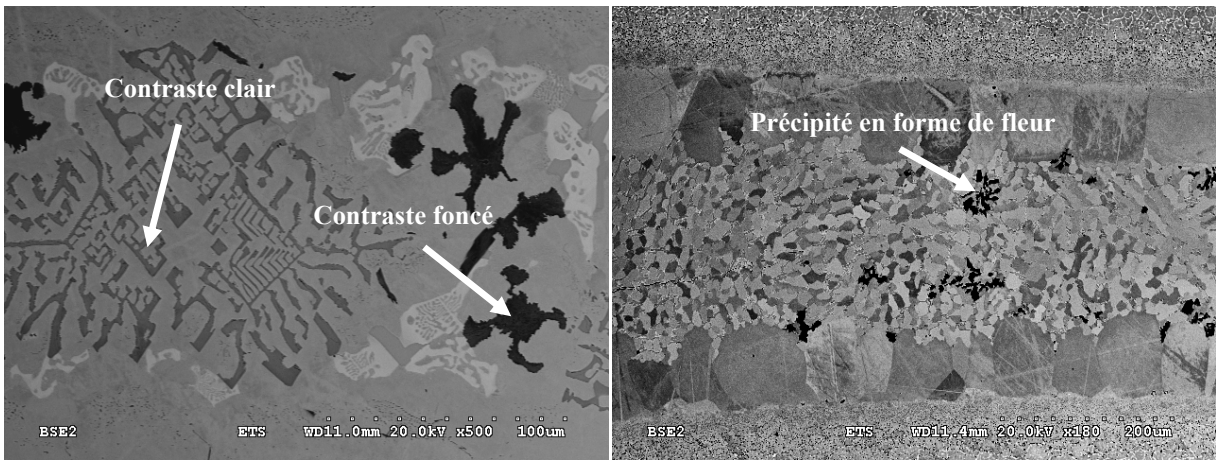
Figure 3.20 Image FEG en BSE d'une phase eutectique appartenant au joint BNi-3 brasé 150 minutes montrant la faible dimension des zones eutectiques

Dans ces zones eutectiques, on retrouve certaines des phases de la zone multiphasée qui existaient sous forme de phases simples. On voit aussi apparaître d'autres phases qui n'existent que dans les eutectiques, cela dépend principalement du chemin suivi lors de la solidification. Ce point est d'ailleurs discuté en détail dans le chapitre 4 de discussion. On retrouve, bien sûr, comme dit précédemment, la phase de solution solide de nickel bien qu'elle ait, en général, une composition légèrement différente de celle qui a été analysée dans la couche de γ-nickel. Ce phénomène peut s'expliquer de deux façons : la première est assez simple et vient d'une imprécision de la mesure car les phases sont très petites et la seconde hypothèse est qu'il s'agit d'une phase plus riche en soluté du fait que la solution solide s'est

« figée » à partir de la température eutectique et alors qu'une quantité plus importante de silicium est restée piégée.

3.2.4.3 Les précipitations

Dans la zone multiphasée, des précipités relativement volumineux et très noirs peuvent être observés au microscope à balayage électronique en mode électrons rétrodiffusés. Ces précipités se reconnaissent aisément grâce à leurs formes et leur disposition. Ils ont une forme de « fleurs » (Figure 3.21-b) et ils se répartissent sur de longueurs jusqu'à 50 µm. Pour les brasures BNi-1a et BNi-2, il s'agit principalement de borures de chrome de type CrB (Figure 3.21 et
Tableau 3.9). Dans le cas du BNi-1a, on observe sur les images prises au microscope électronique un contraste chimique entre deux précipités (Figure 3.21-a). Cependant après analyse EDX, ce contraste chimique se révèle moins important que supposé : la composition globale entre les deux précipités est la même (chrome, nickel, bore et molybdène), seules les quantités changent quelque peu (Tableau 3.9). Aucune hypothèse ne nous permet d'expliquer cette différence entre deux précipités voisins.



(a) (b)

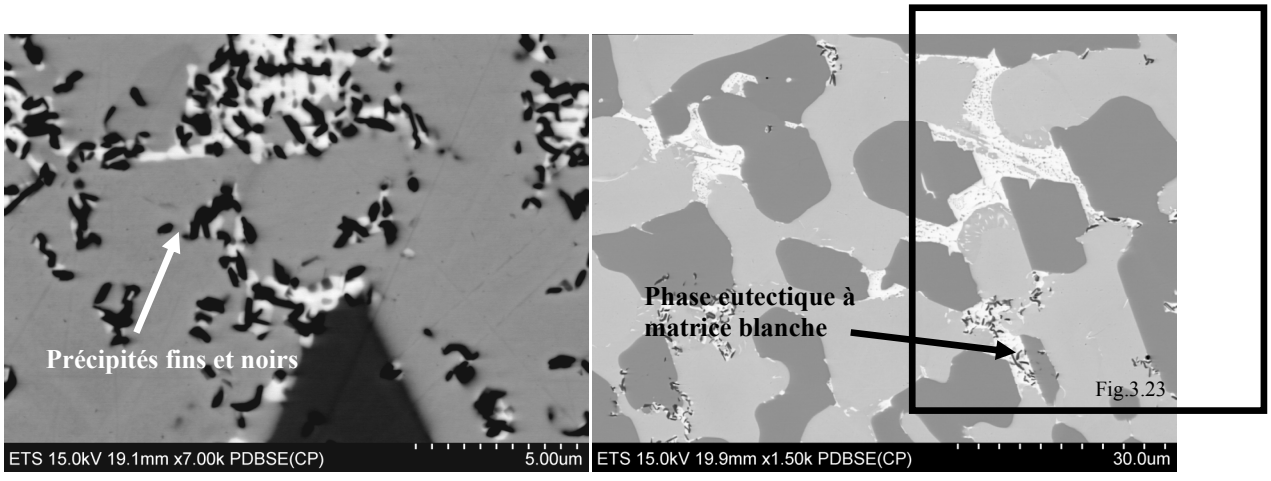
Figure 3.21 Images MEB en BSE de précipités situés aux grands écartements dans les alliages (a) BNi-1a (grossissement x500) et (b) BNi-2 (grossissement x180), tous deux brasés 150 minutes

Tableau 3.9 Relevés de compositions chimiques réalisés à la microsonde atomique, en pourcentages massiques, des précipités dans les alliages BNi-2 et BNi-1a (voir ANNEXES VII à X pour la suite des pointés et les images)

Alliage	Ni	Cr	Fe	Si	B	Pd	Mo	Nb	Total	Phase
BNi-2 (150 min)	3,53	71,85	0,66	0,10	16,78		5,12	0,26	98,29	Précipité
BNi-1a (150 min)	12,50	55,23	1,87	0,13	11,32		20,58	0,81	102,44	Précipité clair
	1,97	67,33	0,36	0,05	16,38		13,45	0,89	100,42	Précipité foncé

On remarque également, grâce au tableau, que le molybdène est beaucoup plus présent dans les précipités du BNi-1a que dans ceux du BNi-2 (15-20%wt contre 4-5%). Alors que les compositions des deux alliages sont très similaires, le molybdène, provenant du métal de base, semble se dissoudre davantage dans les précipités de BNi-1a que dans ceux de BNi-2. Une explication plausible à cette constatation est la différence de température de brasage : 1135°C (2075°F) pour BNi-1a et 1052°C (1925°F) pour BNi-2. Cependant la différence en teneur d'élément chrome peut aussi modifier les frontières, en température et en concentration, des phases et ainsi provoquer une plus grande dissolution du métal de base.

Pour la brasure Palnicro 36M, les précipités se présentent sous une forme beaucoup plus fine et moins longue. Il s'agit de petites aiguilles de l'ordre de 1-2 µm (Figure 3.22). Ces précipités se situent souvent dans la phase eutectique à matrice blanche de la brasure.



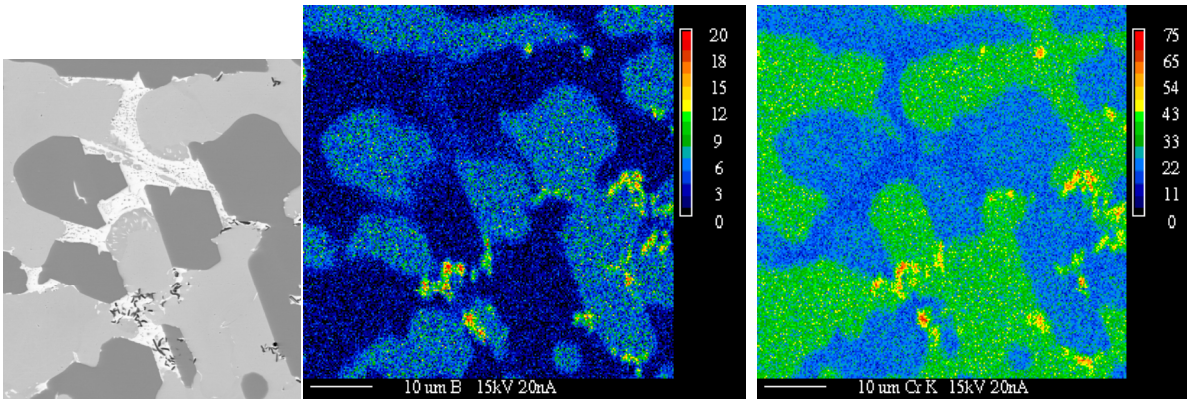
(a) (b)

Figure 3.22 Images FEG en BSE des fins précipités (a) au niveau de la phase eutectique (b) dans l'alliage Palnicro 36M brasé 15 minutes

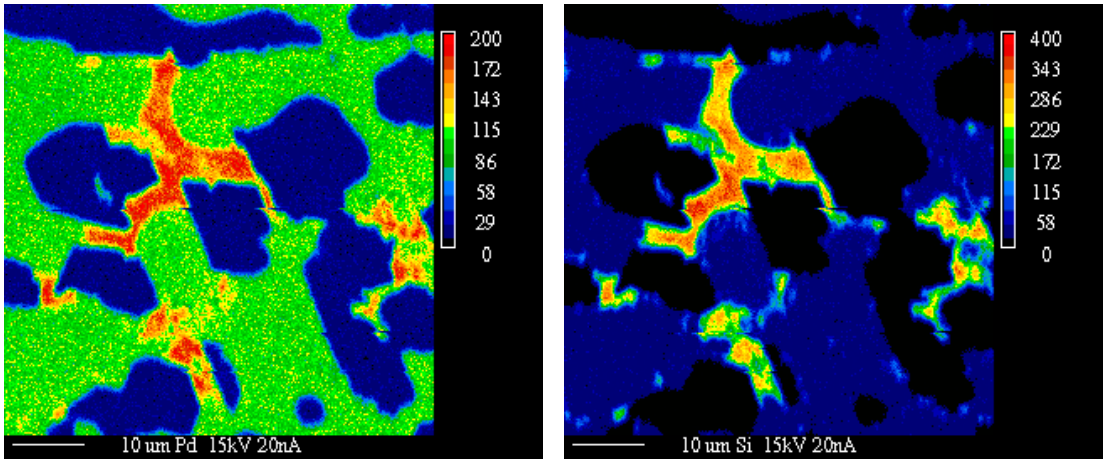
Tableau 3.10 Relevés des compositions chimiques FEG, en pourcentages massiques, des précipités d'un joint de Palnicro 36M brasé 15 min
(voir ANNEXES VII à X pour la suite des pointés et les images)

	Ni	Cr	Mo	Pd	Fe	Nb	Si	B	Total	Phase
Palnicro 36M (15 min)	11,69	47,93	0,46	21,65	0,06	0,21	0,48	0,00	82,48	Précipité
	12,51	45,57	0,34	24,84	0,09	0,23	0,73	0,00	84,31	Précipité
	10,20	44,83	0,43	25,61	0,02	0,21	0,85	0,00	82,15	Précipité

Autre particularité, ils se retrouvent uniquement aux grands écartements de joint. Pour des écartements en dessous d'une hauteur de 100 µm, ils sont inexistants. Après analyses, on note que leur composition chimique est légèrement différente des précipités présentés précédemment (Tableau 3.9 et Tableau 3.10). Les cartographies prises à la microsonde atomique confirment ces résultats et surtout la présence de bore qui était évidente d'après les contrastes BSE mais qui n'était pas visible lors des analyses chimiques effectuées au FEG (Figure 3.22 et Figure 3.23). La taille des précipités doit probablement être responsable de cet écart. La composition des précipités est un peu surprenante car il y a une très forte présence du palladium alors que dans les précipités des autres alliages, on a quasi-exclusivement du chrome et du bore. Pourtant, la quantité de bore dans le Palnicro 36M est bien supérieure, en pourcentage atomique, à celle des autres alliages (16%at contre 13,5%at environ).



(a) (b) Bore (c) Chrome



(c) Palladium (d) Silicium

Figure 3.23 Cartographies EPMA d'une partie de la figure 3.22 (b) : a) image BSE, cartes pour les éléments b) bore, c) chrome, d) palladium et e) silicium dans un joint de Palnicro 36M brasé 15 minutes montrant la présence de bore et de chrome dans les précipités fins situés dans la zone eutectique

La brasure BNi-3 n'a pas de précipités similaires car sa composition ne contient pas de chrome, élément souvent majoritaire dans les précipités de cette étude. Le chrome provenant de la dissolution du métal de base est probablement en quantité insuffisante pour entraîner une précipitation.

Dans certains alliages (BNi-3 et BNi-1a), on peut observer, à forts grossissements, deux autres types de précipitation, très fine. Une première formation de précipités ronds a lieu dans la phase simple γ-nickel (Figure 3.24). Quelques pointés ont été faits dans cette zone mais on n'a pas pu déterminer avec précision la composition de ces précipités. Cependant, après recherches dans la littérature (Lebaili et Hamar-Thibault, 1987; Yuan, Kang et Kim, 2009), il semblerait que, dans des alliages similaires, on ait trouvé des précipités de Ni_3Si. On remarque également que cette précipitation n'est pas uniformément répartie dans la phase qui l'accueille. En effet, la précipitation a plutôt tendance à avoir lieu proche de la phase eutectique (Figure 3.24).

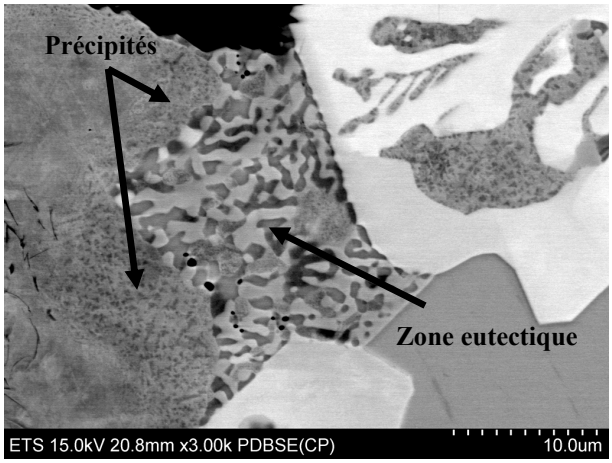
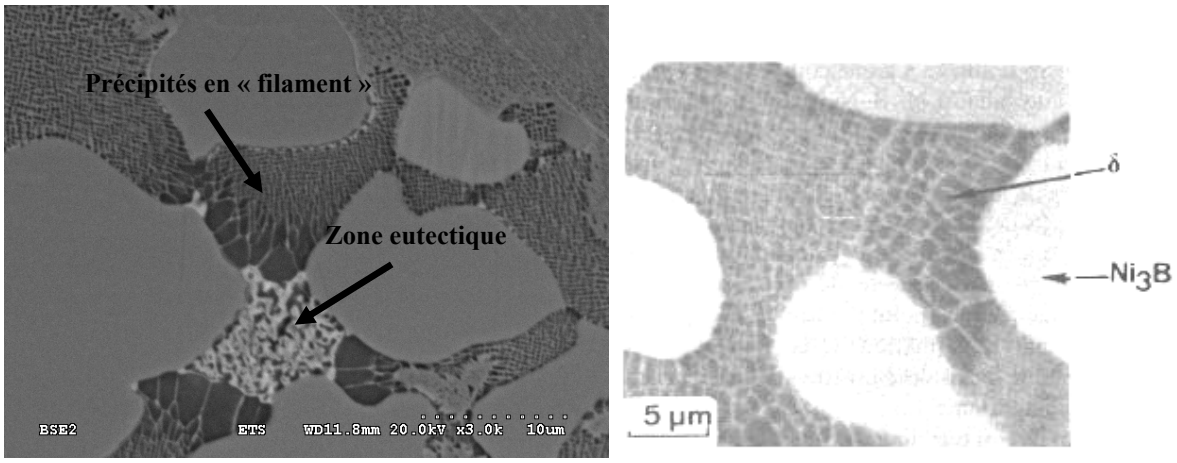


Figure 3.24 Image FEG en mode BSE de la précipitation dans la phase γ-nickel d'un joint de BNi-1a brasé 150 minutes

Un second type de précipitation, très particulier celui-ci, est observable dans l'alliage BNi-3. Il s'agit d'une précipitation qui prend la forme de filament et qui a lieu également dans la phase formée par la solution solide de nickel (Figure 3.25).

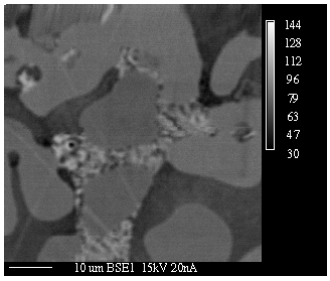


(a) (b)

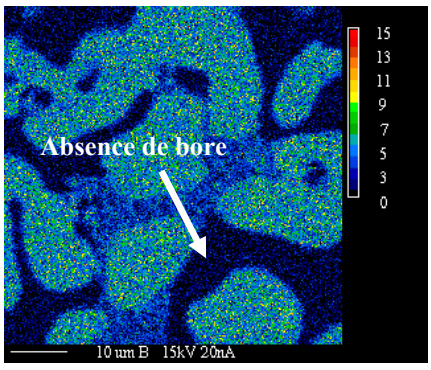
Figure 3.25 (a) Image MEB en mode BSE de la précipitation sous forme de filaments dans la phase γ-nickel du BNi-3 brasé 15 minutes et (b) Image MEB d'une précipitation similaire dans une phase nommée δ (Lebaili et Hamar-Thibault, 1987)

Après recherche dans la littérature, il semblerait que cette précipitation vienne d'une décomposition, lors de la phase solide, d'un composé ternaire en deux composés binaires

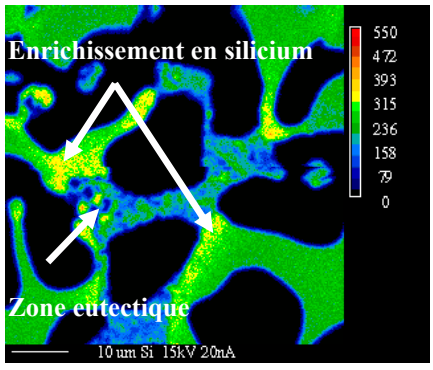
entremêlés (Figure 3.25). Dans le cas de l'article qui traite ce sujet (Lebaili et Hamar-Thibault, 1987), le composé ternaire δNi_6Si_2B se décompose en borures et en siliciures de nickel. L'article n'en dit malheureusement pas plus à ce propos. Cependant, d'après les cartographies réalisées à la microsonde (Figure 3.26), il y a effectivement présence de silicium mais pas de bore dans la phase en question. Notre cas provient probablement de la décomposition d'un autre composé ternaire ou binaire. Comme le cas précédent, la précipitation n'est pas homogène dans la phase. Mais au contraire de la précipitation du Ni_3Si, les filaments se raréfient lorsqu'ils avoisinent une phase eutectique (Figure 3.25). Sur les cartographies, cette zone d'appauvrissement en élément précipités correspond à un enrichissement en silicium (Figure 3.26). Cette hétérogénéité de la décomposition peut être logique si le gradient de silicium existait avant celle-ci, probablement créé par la zone eutectique proche qui a concentré les atomes de silicium pour atteindre la composition eutectique.



(a)



(b) BNi-3/Bore



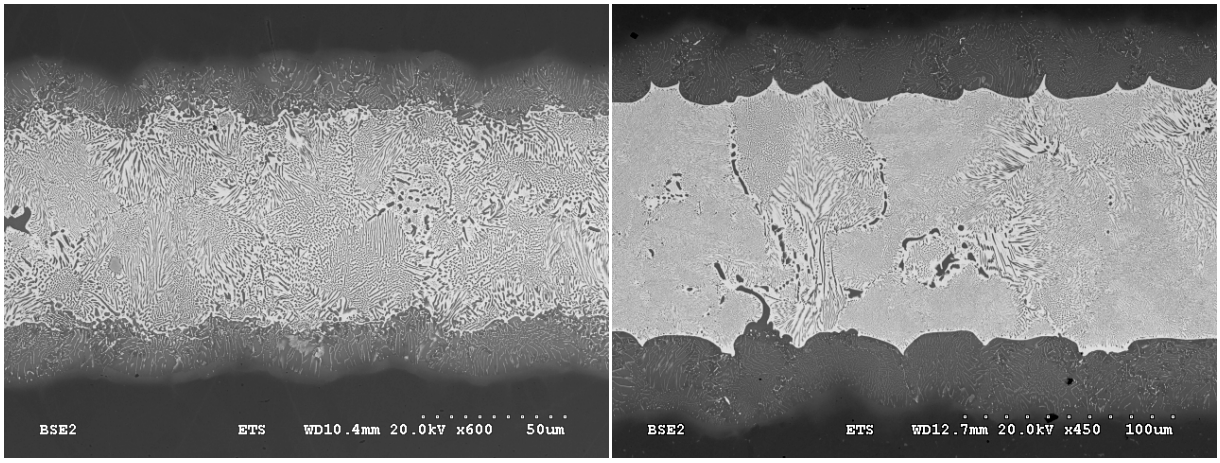
(c) BNi-3/Silicium

Figure 3.26 Cartographies EPMA de la zone de précipitations dans un joint de BNi-3 brasé 150 minutes montrant la concentration en silicium proche de la zone eutectique et l'absence de bore dans la zone de précipitation

3.3 Les joints brasés avec les alliages à base or

3.3.1 La morphologie générale

Les échantillons brasés avec du BAu-4 et BAu-6 montrent une structure qui ressemble à un eutectique : de fines lamelles qui s'alternent. Cependant, le joint est composé de types d'eutectiques semble-t-il. Un composé à matrice blanche se situe au centre du joint alors qu'un composé, à matrice noire, sert d'interface entre le centre du joint et le métal de base (Figure 3.27).



(a) (b)

Figure 3.27 Images MEB en mode BSE de l'ensemble de deux joints brasés
(a) BAu-6, 15 minutes x600 et (b) BAu-4, 150 minutes x450

Il y a peu de différences morphologiques entre les deux alliages de brasage. Il y a également peu de différences entre les échantillons brasés 15 ou 150 min : les joints sont plus larges àau bout de 150 minutes car il y a eu plus de diffusion. Un des seuls aspects remarquables des échantillons est la « nodulisation » du composé eutectique à matrice noire, au grand écartement, des échantillons brasés avec le BAu-4. Ce phénomène est détaillé dans le paragraphe sur les zones d'interface et de diffusion et semble être dépendant de l'écartement du joint et de son temps de brasage.

3.3.2 La zone d'interface

En comparaison avec les alliages au nickel, les brasures or semblent avoir un impact moindre sur le métal de base. On observe sur la Figure 3.28 une frontière nette entre le joint et le métal de base, il n'y a pas de précipitation par exemple.

Le composé B du joint qui fait l'interface avec le métal de base possède une structure dite eutectique binaire (Figure 3.28). Les relevés de compositions montrent que la matrice noire est une solution solide de nickel et la phase avec un contraste clair est une solution solide d'or (Tableau 3.11).

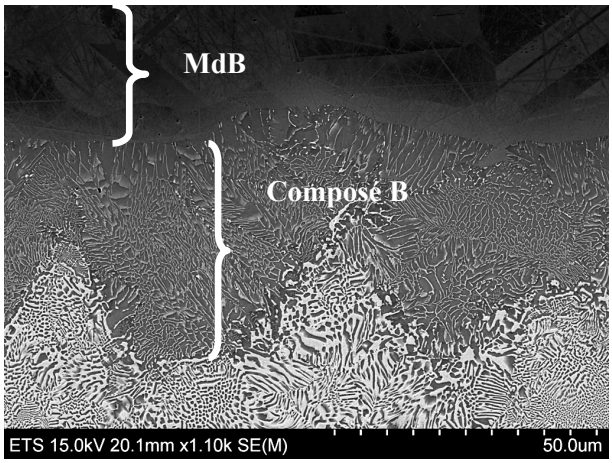


Figure 3.28 Image FEG en mode SE de la zone d'interface d'un joint de BAu-6 brasé 150 minutes montrant le composé B et ses fines lamelles et l'interface entre le métal de base et le composé B libre de tout précipité

Tableau 3.11 Relevés des compositions chimiques réalisées au FEG, en pourcentages massiques, des différents composés du composé B à l'interface d'un joint brasé avec du BAu-4 ou du BAu-6 (voir ANNEXES XI et XII pour la suite des pointés et les images)

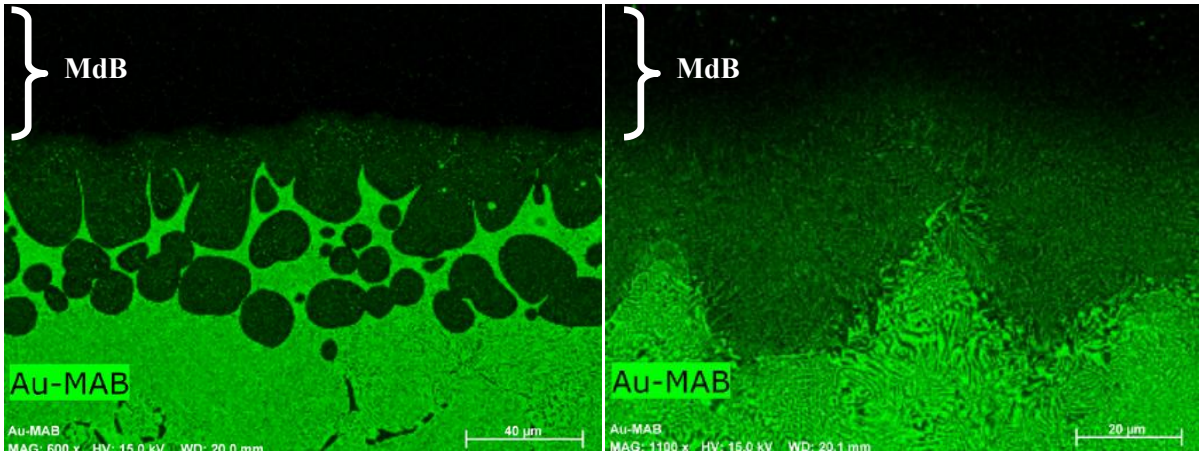
Composé B - Phase B_A

Alliage	Ni	Au	Cr	Fe	Pd	Mo	Nb	Total	Phase
BAu-4 (15 min)	6,23	72,11	2,21	0,10		0,00	17,52	98,16	Ba
	8,11	71,13	2,42	0,14		0,00	17,75	99,54	Ba
BAu-6 (150 min)	9,10	75,68	3,50	1,07	9,35	0,65	0,00	99,35	Ba
	9,16	75,08	3,45	0,91	9,50	0,88	0,00	98,98	Ba

Composé B - Phase B_B (Matrice)

Alliage	Ni	Au	Cr	Fe	Pd	Mo	Nb	Total	Phase
BAu-4 (15 min)	58,00	24,25	4,63	1,24		6,49	1,73	96,34	Bb
	51,39	35,00	4,73	1,20		5,92	1,23	99,47	Bb
BAu-6 (150 min)	50,33	24,49	4,51	3,42	5,85	4,75	0,60	93,95	Bb
	53,05	22,14	4,97	3,45	5,78	5,15	0,75	94,99	Bb

La phase claire B_B semble absorber beaucoup plus d'éléments provenant du métal de base que B_A riche en or. Les pointés de la phase B_A du joint BAu-4 sont probablement erronés car alors le FEG était en calibrage et de tels pourcentages de niobium n'ont jamais été trouvés dans d'autres régions du joint, aussi bien dans la zone centrale (voir paragraphe suivant) qu'à l'interface du joint. Concernant la diffusion, l'or, de par ses caractéristiques atomiques, est assez limité pour les déplacements dans un environnement constitué d'atomes ayant des rayons atomiques bien inférieurs. Donc on n'observe quasiment aucune diffusion de l'or vers le métal de base (Figure 3.29).



(a) (b)

Figure 3.29 Cartographies FEG de la présence d'or à l'interface (a) d'un joint de BAu-4 brasé 15 minutes et (b) d'un joint BAu-6 brasé 150 minutes, montrant la non-diffusion de l'or dans le métal de base

Il y a une plus grande dissolution des éléments de l'Inconel 625 dans le composé B, proche, que dans le composé A, plus éloignée les principales différences peuvent s'expliquer par la proximité du métal de base (Figure 3.30).

Dans le cas du BAu-4, un aspect particulier du joint de brasage est à noter : il y a une « nodulisation » du composé B du joint au niveau de l'interface. Il s'agit du composé B, située à l'interface, qui se présente sous la forme de nodules. Les nodules ne se développent pas dans le joint au complet, ils restent proches de l'interface. Ce phénomène a lieu uniquement dans l'alliage BAu-4, BAu-6 n'en étant pas affecté. On le trouve par contre, aussi bien lorsque le joint est brasé 15 minutes, de façon très marquée, que lorsqu'il est brasé 150 minutes mais de façon plus subtile. Le temps de maintien à la température de brasage a donc un rôle important dans ce phénomène. Cette « nodulisation » pourrait être le fruit, dans un premier temps, d'une germination du composé B, puis de la coalescence de cette phase jusqu'à former une seule entité. Ainsi, si le temps de maintien à température de brasage augmente au-delà de 150 minutes, nous pourrions peut-être apercevoir un seul et même composé B. Il faudrait donc désormais savoir si cette « nodulisation est préjudiciable, d'un point de vue mécanique, au joint brasé et s'il est impératif de braser au-delà de 150 minutes.

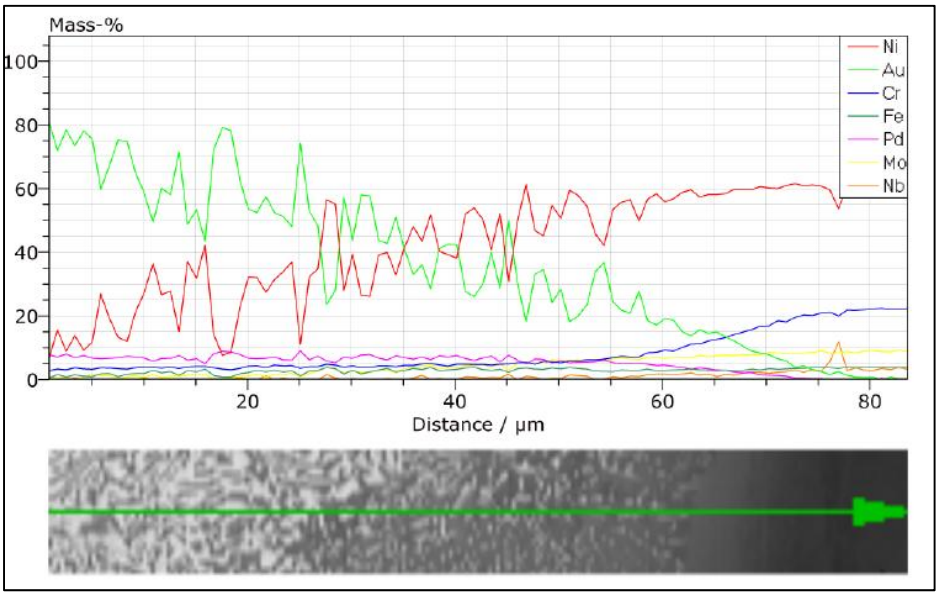


Figure 3.30 Profil de composition FEG montrant la dissolution du métal de base dans un joint de BAu-6 brasé 150 minutes

3.3.3 La zone centrale du joint

La zone centrale du joint est constituée d'un composé A possédant une structure eutectique dont la matrice est une phase claire A_A (Figure 3.31). Ce composé A occupe environ 75% des joints brasés dans les deux cas montrés à la Figure 3.27. Mais contrairement au composé B de l'interface du joint, les proportions des phases sont différentes : la solution solide riche en or (phase A_A) devient la phase majoritaire du composé eutectique et la solution riche en nickel (phase A_B) devient la phase minoritaire. Les phases qui constituent ce nouveau composé sont proches, en termes de composition, de ceux du composé central du joint (à 5% près). La phase A_A est en majorité constituée d'or : environ 90% dans le cas du BAu-4 et environ 79% pour le BAu-6 (Tableau 3.12). La seconde phase A_B constitue l'autre entité de l'eutectique binaire. Elle est constituée, à hauteur d'environ 60-63%, de nickel (Figure 3.31). Le comportement de cette phase est similaire à B_B de la zone d'interface c'est-à dire qu'elle absorbe les éléments provenant du métal de base au contraire de A_A riche en or. Pour les éléments comme le fer et le chrome, ce phénomène peut s'expliquer par le fait que ce sont des éléments de rayon atomique similaire au nickel ainsi ils peuvent facilement se substituer à lui. Les lamelles du composé A s'intercalent tous les 0,5 μm environ et les lamelles ont une largeur d'environ 0,5 μm. Par conséquent les mesures chimiques ne possèdent peut-être pas une grande précision bien que les relevés ne montrent pas un grand écart-type entre les différents pointés. Le tableau ne présente pas toutes les compositions. La totalité des pointés et leur disposition sont présentées en ANNEXE XI et XII.

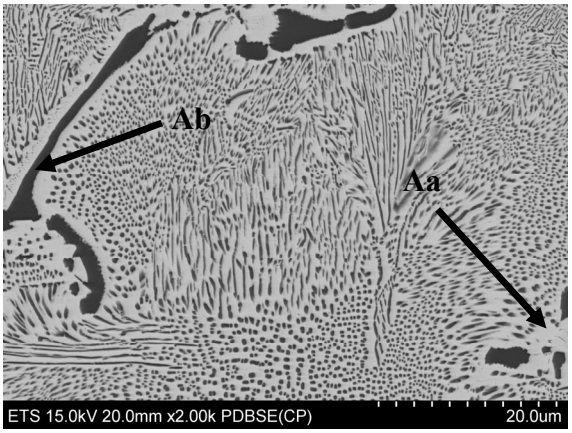


Figure 3.31 Image FEG en mode BSE de la zone centrale d'un joint brasé BAu-4 brasé 15 minutes montrant la très fine structure en lamelle du composé A

Tableau 3.12 Relevés des compositions chimiques réalisées au FEG, en pourcentages massiques, des différents composés de la phase A au centre d'un joint brasé avec du BAu-4 ou du BAu-6 (voir ANNEXES XI et XII pour la suite des pointés et les images)

Composé A - Phase A_A (Matrice)

Alliage	Ni	Au	Cr	Fe	Pd	Mo	Nb	Total	Phase
BAu-4 (15 min)	8,75	89,62	2,70	0,22		0,73	0,00	102,01	Aa
	11,72	91,22	3,03	0,39		0,85	0,00	107,21	Aa
BAu-6 (150 min)	10,29	78,72	2,58	0,90	4,91	0,78	0,00	98,19	Aa
	9,67	79,01	2,68	1,00	5,47	0,74	0,00	98,57	Aa

Composé A - Phase A_B

Alliage	Ni	Au	Cr	Fe	Pd	Mo	Nb	Total	Phase
BAu-4 (15 min)	62,72	20,72	3,95	1,36		3,09	1,84	93,68	Ab
	63,40	19,19	4,00	1,35		2,54	2,11	92,59	Ab
BAu-6 (150 min)	59,94	19,51	3,94	3,21	2,80	2,59	0,30	92,29	Ab
	59,45	18,68	3,92	3,07	2,78	2,46	0,70	91,05	Ab

3.4 Les joints brasés avec l'alliage à base cuivre

La brasure de cuivre est un alliage de brasage beaucoup moins complexe que les alliages précédemment présentés. En effet, il est composé de cuivre pur à 99,9%. Le cuivre possédant comme voisin le nickel dans le tableau périodique, l'exploitation des résultats a été complexifiée par un manque de contraste en BSE entre les deux éléments. Le joint est composé d'une zone de diffusion peu marquée et sans précipitation alors que l'interface est parsemée de petits précipités très clairs ce qui suppose la présence d'un ou plusieurs éléments avec un numéro atomique plus élevé que celui du nickel et du cuivre. Le joint, à proprement parler, ne possède qu'une seule phase. Au centre du joint, à grand écartement, on observe une bande d'une phase parsemée, fine et foncée au milieu de cette phase de cuivre (Figure 3.32).

Les échantillons ont été observés pour des temps de brasage de 15 et 150 minutes. Quasiment aucune différence au niveau des phases en présence n'a été constatée. Les différences entre les deux sortes d'échantillons résident principalement dans les dimensions des différentes zones. Par exemple, la zone de diffusion est plus large au bout de 150 minutes qu'au bout de 15 minutes. Concernant l'écartement d'un joint, le seul élément distinctif entre le grand et le moyen écartement est détaillé au paragraphe sur la zone centrale.

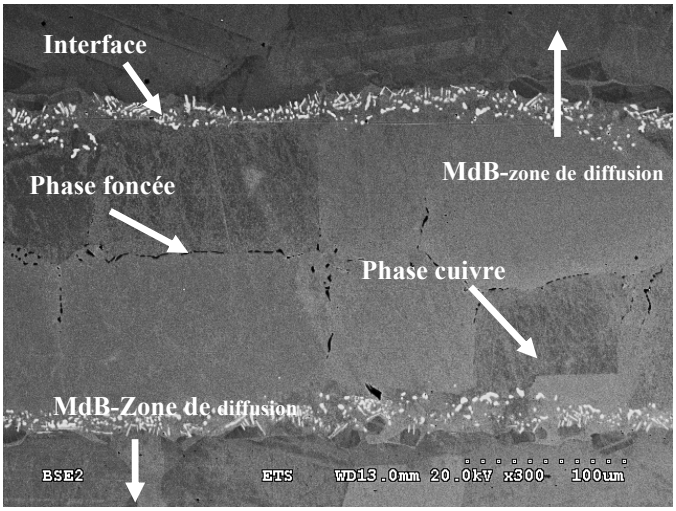
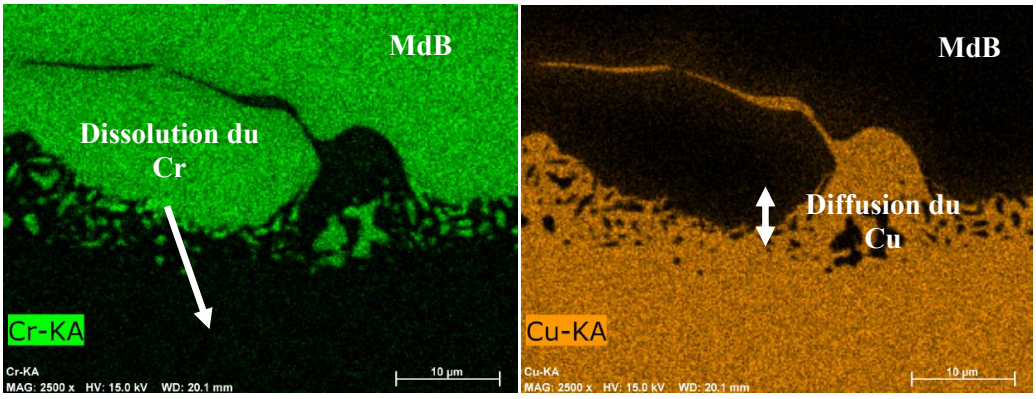


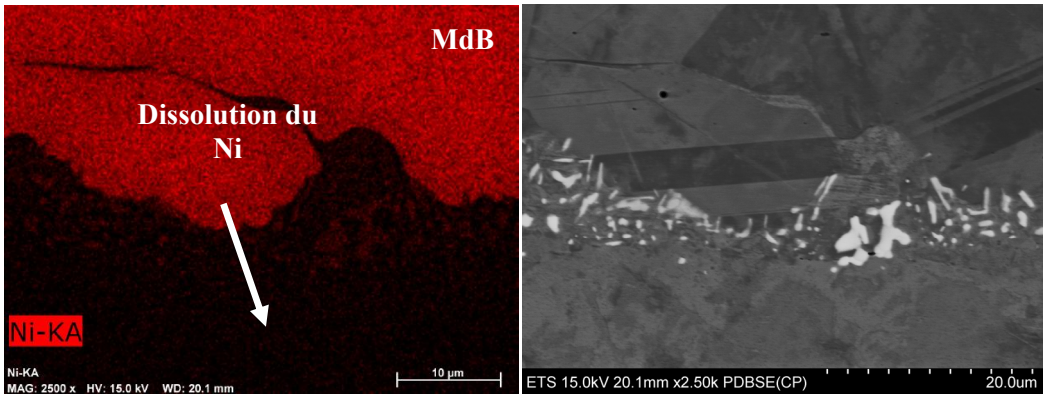
Figure 3.32 Image MEB en mode BSE montrant les différentes caractéristiques d'un joint de BCu-1 brasé 150 minutes

3.4.1 Les zones d'interface et de diffusion

La zone de diffusion dans le métal de base n'est pas visible par imagerie SE ou BSE (Figure 3.32). Il n'y a pas de trace de précipitations aux joints de grains ni à l'intérieur des grains du métal de base. En revanche, grâce aux cartographies (Figure 3.33), on remarque qu'une diffusion du cuivre a tout de même lieu sur quelques microns (entre 5 et 10 µm) au-delà de la barrière formée par les précipités clairs. Les cartographies, additionnées du profil de composition (Figure 3.34), nous montrent qu'il y a une importante dissolution de tous les éléments du métal de base dans le joint brasé exception faite des éléments niobium et molybdène : le nickel est présent à hauteur de 12% dans la solution solide cuivre (Figure 3.34). Cette constatation s'explique facilement si on consulte un tableau périodique : le fer, le nickel et le chrome ont un rayon atomique plus faible que le cuivre, ce qui facilite leurs déplacements dans la solution formée par le cuivre. Ces éléments sont également très proches du cuivre en termes de propriétés chimiques, ce qui implique une bonne affinité entre ces éléments. Le molybdène et le niobium ont, eux, un rayon atomique trop élevé par rapport au cuivre pour pouvoir se diffuser en masse ou aux joints de grains aisément dans le joint (190 pm pour le molybdène et 198 pm pour le niobium contre 145 pm pour le cuivre). Ces éléments n'arrivent donc pas à franchir la barrière formée par le joint et ses éléments de petits diamètres.



(a) (b)



(c) (d)

Figure 3.33 Cartes FEG montrant la dissolution importante du métal de base et la diffusion du cuivre dans le métal de base dans un joint de BCu-1 brasé 15 minutes

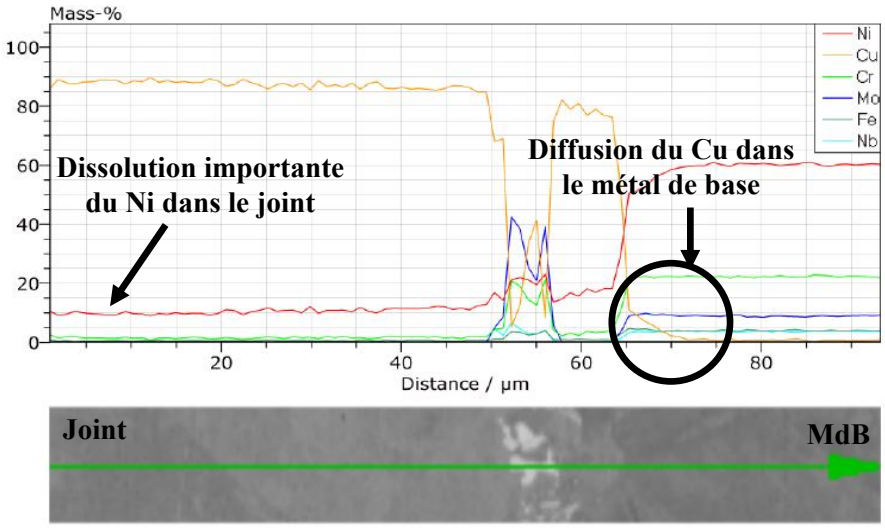


Figure 3.34 Profil de compositions FEG montrant la dissolution importante du métal de base et la diffusion du cuivre dans le métal de base dans un joint de BCu-1 brasé 15 minutes

Des précipités délimitent l'interface entre le métal de base et le joint. Ils n'ont pas de forme particulière mais ils sont de petite taille, de l'ordre du micron pour la plupart et jusqu'à 3-4 µm pour les plus volumineux. Grâce aux analyses chimiques, on note la forte présence d'éléments comme le molybdène, le chrome et le nickel (Tableau 3.13).

Tableau 3.13 Relevés des compositions chimiques FEG, en pourcentages massiques, de la zone d'interface d'un joint de BCu-1 brasé 15 minutes (voir ANNEXE XIII pour la suite des pointés et les images)

	Ni	Cu	Cr	Fe	Mo	Nb	Total	Phase
BCu-1 (15 min)	10,87	84,54	1,35	0,65	0,00	0,00	97,40	(Cu)
	10,16	85,50	1,06	0,53	0,00	0,00	97,24	(Cu)
	59,18	0,91	21,65	3,75	8,62	3,51	97,62	MdB
	58,59	0,87	21,47	3,84	8,69	3,61	97,07	MdB
	51,14	7,01	21,24	4,30	9,63	3,83	97,16	MdB
	51,64	5,43	21,51	4,20	9,88	4,14	96,79	MdB
	22,05	4,45	20,69	3,46	45,92	4,60	101,18	Précipitation
	17,18	3,65	21,62	3,52	51,38	3,10	100,45	Précipitation
	20,98	3,67	19,62	3,79	46,76	5,87	100,68	Précipitation
	21,72	4,38	20,89	3,76	44,36	5,10	100,22	Précipitation

Il y a également des pourcentages non négligeables de niobium dans les relevés. Les compositions relevées lors des analyses permettent de placer les précipités sur le diagramme ternaire Cr-Mo-Ni (Figure 3.35) dans la phase nommée A dont malheureusement la composition n'est pas précisée. Là encore une fois, il serait intéressant de connaître si une telle phase située à l'interface pénalise le comportement mécanique de l'assemblage brasé avec du BCu-1.

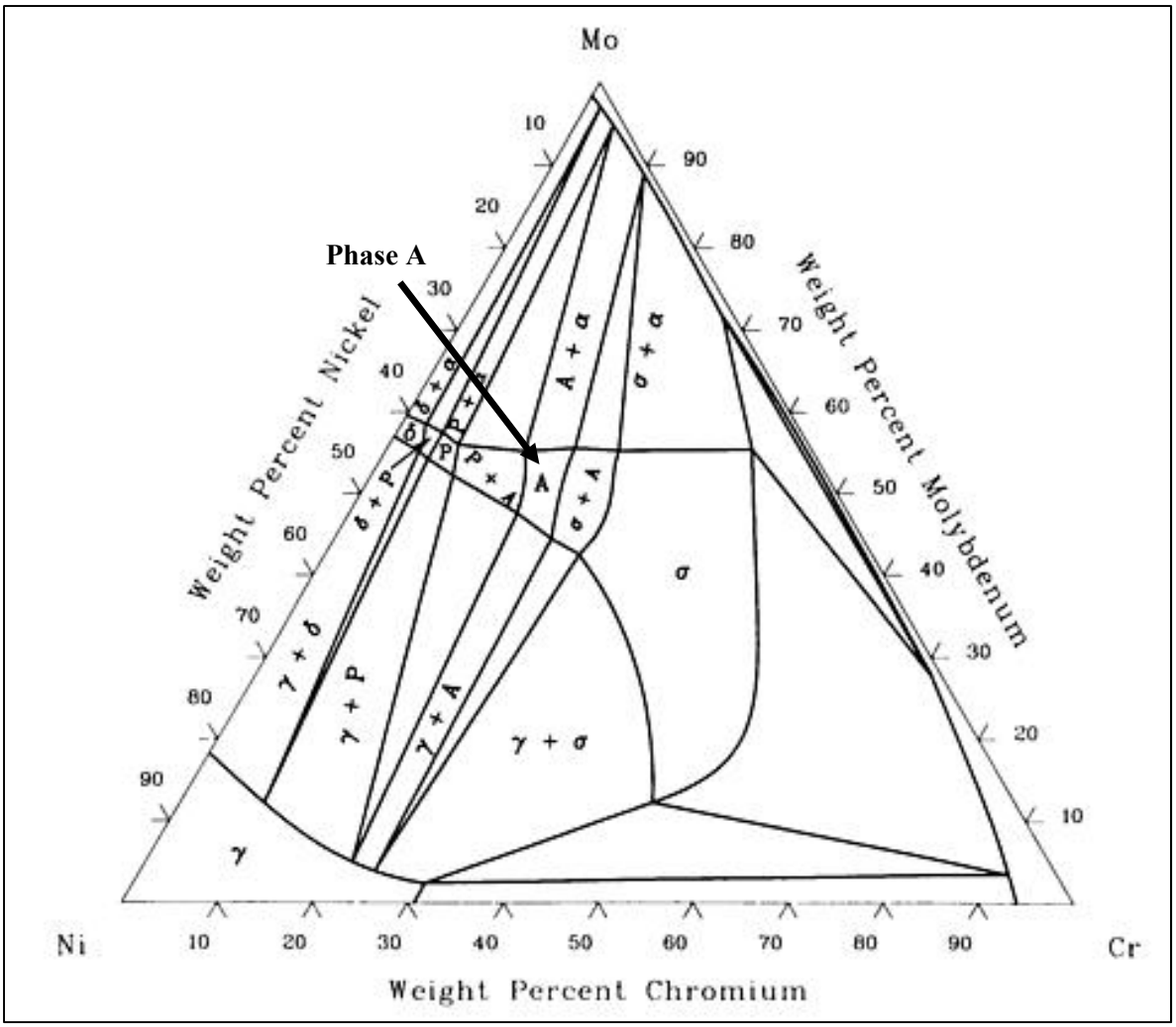


Figure 3.35 Diagramme de phase ternaire Cr-Mo-Ni dont la phase A correspond à la composition des précipités de l'interface d'un joint de BCu-1 (Gupta, 1990)

3.4.2 La zone centrale

La zone centrale du joint brasé est très simple : il s'agit d'une seule et unique phase. Aux grands écartements, une zone d'un autre composé, plus foncé, peut être observée tel que sur la Figure 3.36.

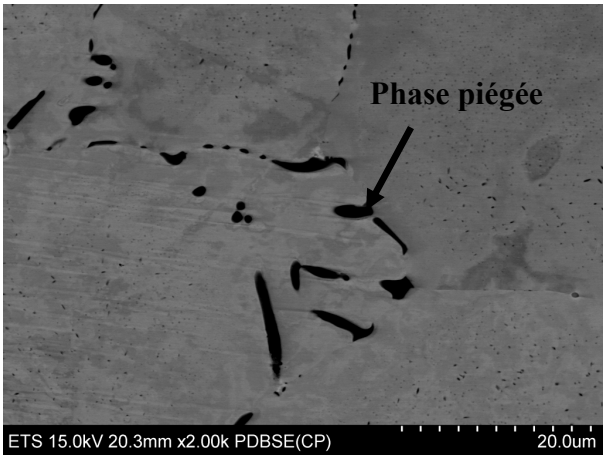


Figure 3.36 Image FEG en mode BSE du centre d'un joint de BCu-1 brasé 15 minutes montrant un composé plus foncé au milieu de la solution solide de cuivre

Cette phase unique est, selon les relevés du tableau, composée de cuivre à 90%wt lorsque le pointé se situe proche du centre du joint et à 85% lorsque le pointé est proche de l'interface. Les pourcentages restant pour compléter la composition de la phase sont uniquement du nickel. Cette constatation est en concordance avec le diagramme de phase Cu-Ni (Figure 3.37) qui montre une miscibilité totale entre le cuivre et le nickel d'où leur grande affinité.

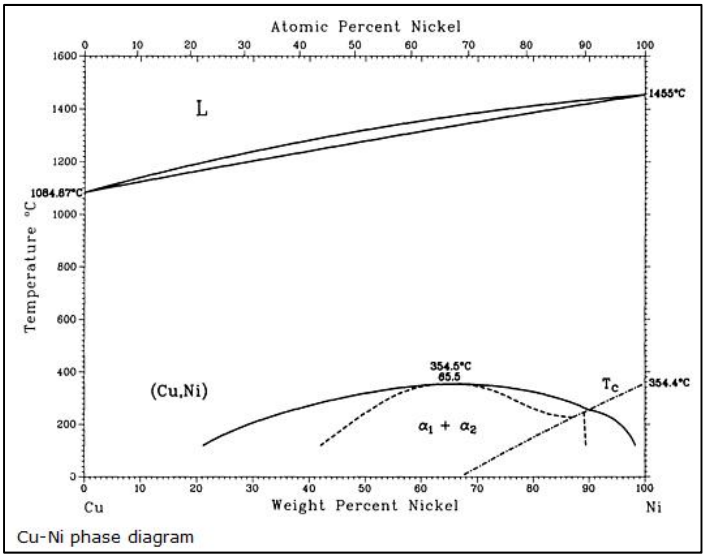


Figure 3.37 Diagramme de phases Cu-Ni montrant la miscibilité totale entre le Cu et Ni (Chakrabarti et al., 1991)

Lorsque l'on se place au grand écartement, proche de l'ouverture du joint, la composition des phases centrales révèle un fort taux de chrome (80-90%wt de chrome) complété par du fer, du cuivre et du nickel (Tableau 3.14 et Figure 3.36). Un fait intéressant est à noter : ces phases semblent se situer aux joints de grains du centre de la phase unique de cuivre. On peut donc raisonnablement penser que ces phases ne sont pas des précipités mais des résidus de solidification qui ont été rejetés tout au long de la solidification, car le cuivre est quasi-totalement non miscible avec le chrome, jusqu'à que ces résidus soient piégés au centre et finissent par se solidifier. De plus, quand on observe attentivement les images du joint, on remarque que le joint, aux grands écartements, est constitué de deux grains de solution solide de cuivre en vertical (Figure 3.38). Ainsi aux plus faibles écartements, la hauteur du joint n'est plus constituée que d'un seul grain, alors la phase riche en chrome n'a pas pu se faire piéger. Il y a aussi probablement moins de dissolution du chrome et donc moins de chrome présent dans le joint.

Tableau 3.14 Relevés de compositions chimiques réalisés au FEG du centre d'un joint de BCu-1 brasé 15 minutes (voir ANNEXES XIII pour la suite des pointés et les images)

	Ni	Cu	Cr	Fe	Mo	Nb	Total	Phase
BCu-1 (15 min)	5,12	91,23	0,53	0,18	0,00	0,00	97,07	(Cu)
	6,02	90,93	0,76	0,17	0,00	0,00	97,89	(Cu)
	3,27	6,57	81,24	2,14	0,67	0,39	94,29	Précipitation
	3,12	6,14	82,09	1,89	0,61	0,37	94,21	Précipitation
	1,53	3,55	90,56	1,26	0,11	0,33	97,35	Précipitation

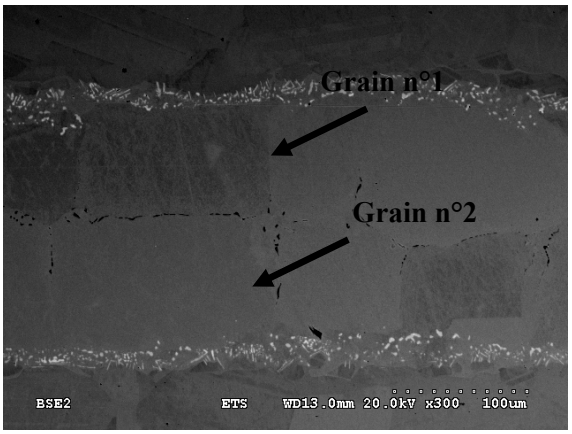


Figure 3.38 Image MEB en mode BSE montrant la taille des grains de la solution solide de cuivre d'un joint de BCu-1 brasé 15 minutes

3.5 Les joints brasés avec l'alliage à base argent

Le joint brasé avec l'alliage BAg-13a a une morphologie relativement atypique mais qui ne semble pas présenter de difficultés particulières car la microstructure est très homogène. La morphologie est atypique car elle est dite « en dentelle », structure peu courante (Figure 3.39). Cette structure est composée de deux phases et occupe tout le joint. Une des phases a un contraste BSE très clair et la second un contraste plus foncé. L'interface entre le métal de base et le joint est assez bien visible. On aperçoit seulement quelques rares petits précipités blancs semble-t-il le long.

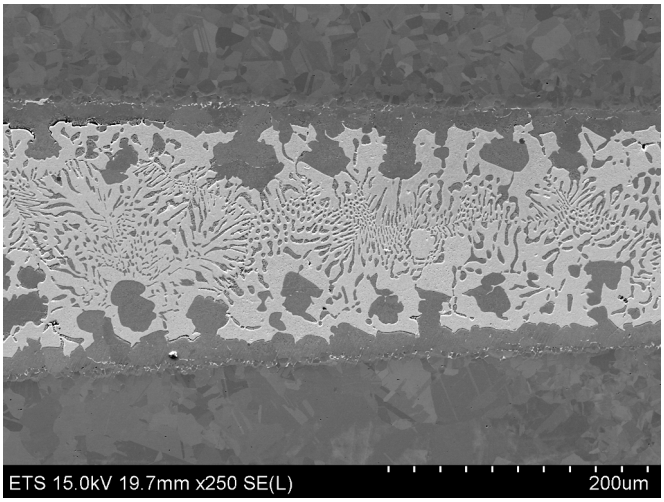
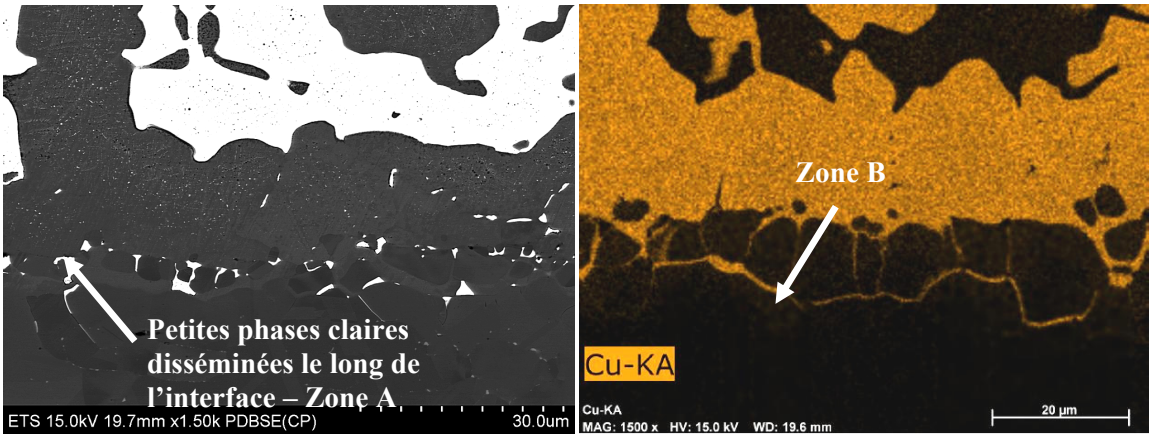


Figure 3.39 Image FEG en mode SE de l'ensemble d'un joint de BAg-13a brasé 15 minutes

Les échantillons ont été observés pour des temps de brasage de 15 et 150 minutes. Aucune différence au niveau des phases en présence n'a été constatée à part le fait que les écartements augmentent pour un temps de brasage de 150 minutes comparé à un temps de brasage de 15 minutes. Concernant l'écartement d'un joint, les analyses n'ont révélées là aussi quasiment aucune différence à part le fait que les solutions solides occupent le joint à elles seules en s'alternant aux très faibles écartements.

3.5.1 Les zones d'interface et de diffusion

La délimitation entre le joint et le métal de base est bien marquée et facilement repérable grâce aux petites phases claires disséminés tout le long de l'interface (Figure 3.40 a). Ces phases ne semblent pas avoir de forme particulière. Les relevés de compositions chimiques (Tableau 3.15) mettent en évidence la forte présence d'argent dans ces phases, et même que ces phases ont la même composition que la phase claire du centre du joint (voir paragraphe suivant). Ceci confirme qu'il ne s'agit pas de précipités mais de grains de solution solide d'argent qui ont été piégés lors de la solidification. D'ailleurs la forme de ces phases indique qu'elles se situent le plus souvent aux joints de grains, ce qui laisse penser que la solution d'argent en fusion s'est immiscée ente les grains qui se sont solidifiés et qui ont alors piégé la solution. La zone de diffusion, si elle existe, est complètement invisible sur les images provenant du FEG. Les cartographies, en revanche, montrent que le cuivre s'est placé aux joints des premiers grains du métal de base attenant le joint brasé (Figure 3.40). On ne peut alors pas vraiment parler de diffusion car ce phénomène est plutôt caractéristique d'un liquide qui se serait glissé entre les grains et se serait fait piéger lors de la solidification. Les relevés confirment la présence de cuivre aux joints de grains (Tableau 3.15). Sur les cartographies, on remarque tout de même une légère diffusion du cuivre dans les grains du métal de base attenant au joint brasé (Figure 3.40 b).



(a) (b)

Figure 3.40 Image FEG en mode BSE et cartographie FEG de l'interface d'un joint de BAg-13a brasé 150 minutes

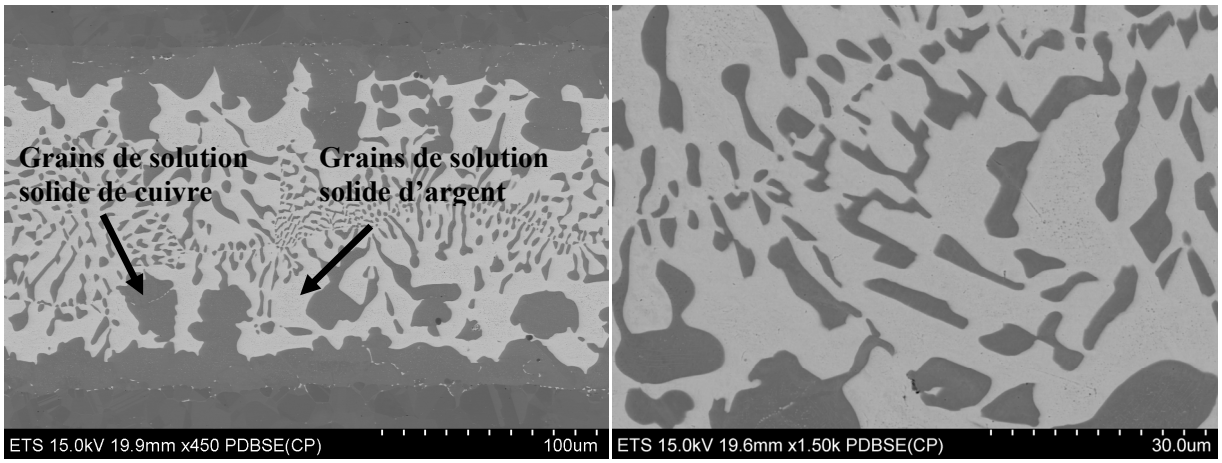
Un fait intéressant à noter est la quasi-absence, à l'interface, de la phase riche en argent, seule la phase foncée, riche en cuivre fait l'interface, exception fait des petites phases de solution solide d'argent. La forte affinité entre le nickel et le cuivre est probablement à l'origine de ce phénomène. Le nickel du métal de base doit diffuser dans le joint et ainsi concentrer également le cuivre à cet endroit, l'argent est rejeté de cette association. Les relevés montrent une concentration importante du nickel dans la phase riche en cuivre ce qui semble confirmer les hypothèses de diffusion.

Tableau 3.15 Relevés de compositions chimiques réalisés au FEG, en pourcentages massiques, de l'interface d'un joint de BAg-13a brasé 150 minutes
(voir ANNEXE XIV pour la suite des pointés et les images)

	Ni	Ag	Cu	Cr	Fe	Mo	Nb	Total	Phase
BAg-13a (150 min)	61,10	0,07	3,72	20,97	3,67	9,30	3,19	102,01	MdB
	61,04	0,11	6,84	18,71	3,43	8,70	2,79	101,62	MdB
	39,80	0,60	39,14	13,27	2,31	5,48	2,18	102,78	Zone B
	1,82	96,12	7,49	0,44	0,12	0,07	0,00	106,05	Zone A

3.5.2 La zone centrale

Comme expliqué dans la présentation de l'alliage de brasage, la quasi-totalité du joint brasé est occupée par une structure en dentelle (Figure 3.41). Cette structure est révélatrice d'une phase eutectique. Les relevés des analyses chimiques mettent en évidence deux phases, toutes deux des solutions solides dont l'une est d'argent et l'autre de cuivre. Les compositions sont quasiment identiques à celles que le diagramme de phases Ag-Cu propose pour la composition eutectique (Figure 3.42 et Tableau 3.16). Des grains de solution solide de cuivre apparaissent également au milieu cette structure eutectique (Figure 3.41) qui montre que la réaction était une réaction hypereutectique. Tout ceci est normal puisque l'alliage possède une composition hypereutectique avant le brasage.



(a) (b)

Figure 3.41 Images FEG en mode BSE montrant la microstructure hypereutectique d'un joint de BAg-13a brasé 150 minutes

Tableau 3.16 Relevés de compositions chimiques réalisés au FEG, en pourcentages massiques, de la zone eutectique d'un joint de BAg-13a brasé 150 minutes (voir ANNEXE XIV pour la suite des pointés et les images)

	Ni	Ag	Cu	Cr	Fe	Mo	Nb	Total	Phase
BAg-13a (150 min)	0,93	6,20	95,18	0,12	0,00	0,00	0,00	102,43	(Cu)
	2,81	6,36	92,96	0,14	0,04	0,00	0,00	102,31	(Cu)
	0,00	97,99	5,45	0,07	0,12	0,00	0,00	103,64	(Ag)
	0,09	98,71	6,67	0,08	0,20	0,00	0,00	105,75	(Ag)

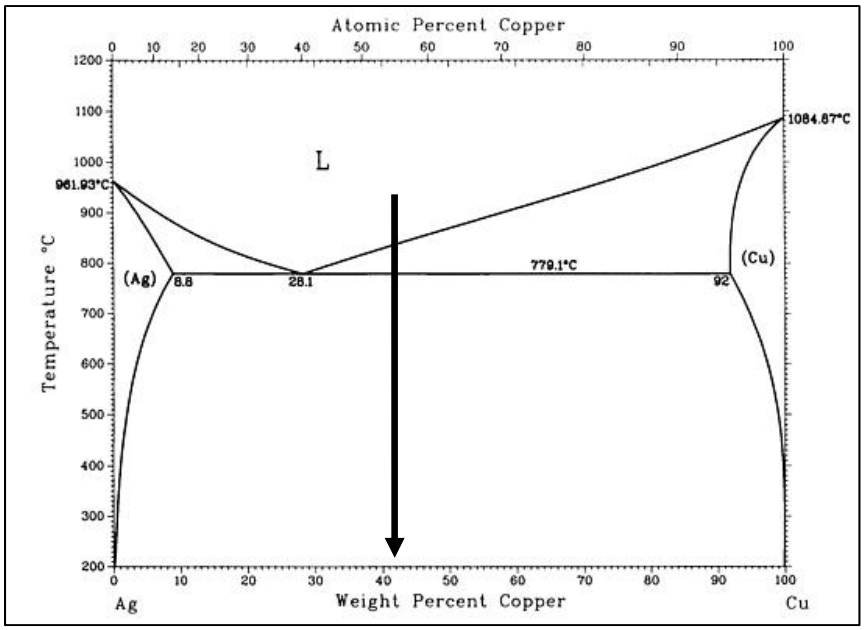


Figure 3.42 Diagramme de phases Ag-Cu indiquant la composition de l'alliage de brasage BAg-13a, un alliage hypereutectique (Subramanian et Perezko)

Deux aspects de ce joint brasé sont à remarquer et ne s'expliquent pas facilement. Le premier est la présence dans la zone eutectique de grains de solution solide d'argent, présence moins flagrante et surtout moins nombreuse que celle des grains de solution solide de cuivre (Figure 3.41). La présence de cette phase est complètement illogique par rapport à la composition de la brasure et du diagramme de phases Ag-Cu (Figure 3.42). Cependant la vitesse de refroidissement est peut-être suffisamment lente pour que certaines solutions solides d'argent aient le temps de se regrouper. Un autre aspect important à souligner est la disposition parfois spéciale de l'eutectique : les grains de solution solide cuivre semblent se répartirent le long d'une arrête centrale (Figure 3.43). Nous n'avons aucune explication quant à ce phénomène étrange.

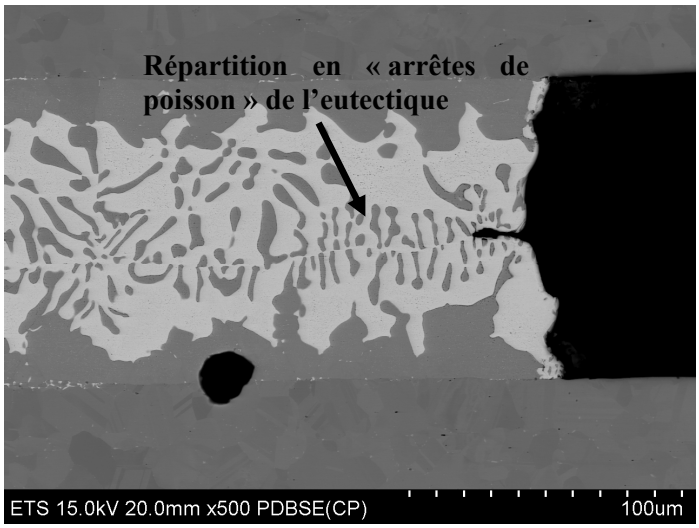


Figure 3.43 Image FEG d'un joint de BAg-13a brasé 150 minutes montrant la disposition particulière de l'eutectique dans certains endroits

CHAPITRE 4

DISCUSSION

On s'aperçoit, au travers de la littérature et de cette maîtrise, que le procédé de brasage est un processus complexe, aussi bien le procédé lui-même (influence de nombreuses variables, champs importants de possibilités, …) que les compétences techniques qu'il mobilise. La maîtrise présentée ici s'est principalement attachée à l'aspect métallurgique et microstructural du brasage. Et pour comprendre la microstructure des joints brasés dans sa totalité, pour pouvoir la changer par la suite si on le souhaite, il est nécessaire de comprendre la formation de cette microstructure et donc sa solidification. La discussion dans ce chapitre va principalement porter sur la solidification et la formation des différentes phases présentes dans les joints à base d'or ou de nickel. Les autres alliages, BAg-13a et BCu-1, ne présentent pas de difficultés particulières lors de la solidification des joints, en comparaison surtout avec les alliages à base d'or et de nickel. Ainsi ils ne feront pas partie de la discussion sur la solidification.

La connaissance du processus de solidification est très importante. Cela permet d'éviter la formation de des phases en changeant l'historique de refroidissement et ainsi en privilégiant la diffusion de certains éléments qui interviennent dans la formation des phases préjudiciables.

Comprendre le processus de solidification des alliages étudiés dans ce mémoire est une chose très complexe. Nous avons tout d'abord affaire à des alliages comportant trois éléments voire 4 ou 5. Par conséquent, les diagrammes de phases, s'ils existent, sont particulièrement compliqués et parfois incertains dans à la position des points invariants ou des frontières. Il faut, en plus de cela, prendre en compte qu'il y a de la diffusion et de la dissolution d'éléments présents dans le joint et dans le métal de base. Cela implique que la composition du joint évolue à chaque instant t et que de nouveaux éléments sont ajoutés aux systèmes. Enfin, les diagrammes de phases ne sont que partiellement utilisables et servent surtout de support théorique car les vitesses de refroidissement utilisées lors de l'étude sont trop rapides

pour représenter l'équilibre que décrivent les diagrammes, même si ces vitesses dans une réalité industrielle sont considérées comme lentes. Il se peut alors que des phases métastables se forment dans les joints brasés et dans le métal de base. Ces phases sont très peu étudiées et répertoriées.

En tout premier lieu, il a fallu identifier les phases en présence et leurs principaux éléments de composition pour chaque phase ou composé du joint. Pour comprendre la solidification, il a également fallu chercher des indices dans le joint brasé afin d'identifier le point de départ de la solidification, celui de fin, les zones de croissances dendritiques et les dernières régions à se former lors de la solidification. Dans le cas de joints brasés, le point de départ de la solidification est le métal de base puisqu'il fournit une interface propice à la germination d'une phase solide. L'étape suivante consistait à associer une composition aux composés trouvés dans le joint puis de reporter cette composition sur un diagramme de phase binaire ou ternaire, afin de comprendre le cheminement de la solidification dans ces joints. Tout cela a été fait en s'appuyant sur la littérature et en particulier les diagrammes de phases.

4.1 Solidification des alliages au nickel

L'analyse de composition des phases a été déterminante pour l'identification des phases dans le cas des alliages au nickel. En effet, l'utilisation de deux types de microscopes électroniques à balayage a été nécessaire : le FEG et la microsonde atomique. Le FEG est l'appareil grâce auquel toutes les mesures et l'imagerie on été faites mais il ne détecte pas les quantités de bore présent dans le joint brasé, ce qui est un véritable problème dans les alliages à base nickel. Par conséquent, une partie des analyses on été refaites sur une microsonde atomique, rendant alors possible l'observation et la quantification de l'élément bore. Pour les autres éléments qui ont été observés, les pourcentages relevés par le FEG et par la microsonde sont quasi-identiques, ce qui montre une bonne précision du FEG. Ceci est valable également pour les phases où le bore est présent. Cependant, des analyses complètes sont impossibles à réaliser uniquement sur la microsonde car la résolution des images n'est pas très bonne par conséquent, il est difficile de repérer des détails de la microstructure. La

microsonde est également beaucoup moins polyvalente que le FEG en termes de détecteurs (SE, BSE, …). En définitive, il est nécessaire d'utiliser et d'allier les deux types de microscopes pour avoir une excellente qualité des relevés de compositions chimiques et ainsi pouvoir faire une identification correcte des phases du joint.

D'après Lebaili et al. (1987) et Villars et al. (1995), les alliages étudiés seraient susceptibles d'être proches des points invariants a, b et c d'après la composition chimique (Figure 4.1). Les points invariants a, b et c sont le siège des transformations présentées dans le Tableau 4.1.

Tableau 4.1 Tableau de quelques points de transformation associés au diagramme de phase Ni-B-Si (Lebaili et Hamar-Thibault, 1987)

Points invariants	**Transformation**	**Composition at.%**			**Température de transformation**
		Ni	**B**	**Si**	
a	L+Ni3Si↔Ni+Ni5Si	77	8	15	1010°C (1850°F)
b	L↔Ni+Ni3B+Ni6Si2B	77	10	13	985°C (1805°F)
c	L+Ni5Si2↔Ni+Ni6Si2B	77,5	10	12,5	1000°C (1832°F)

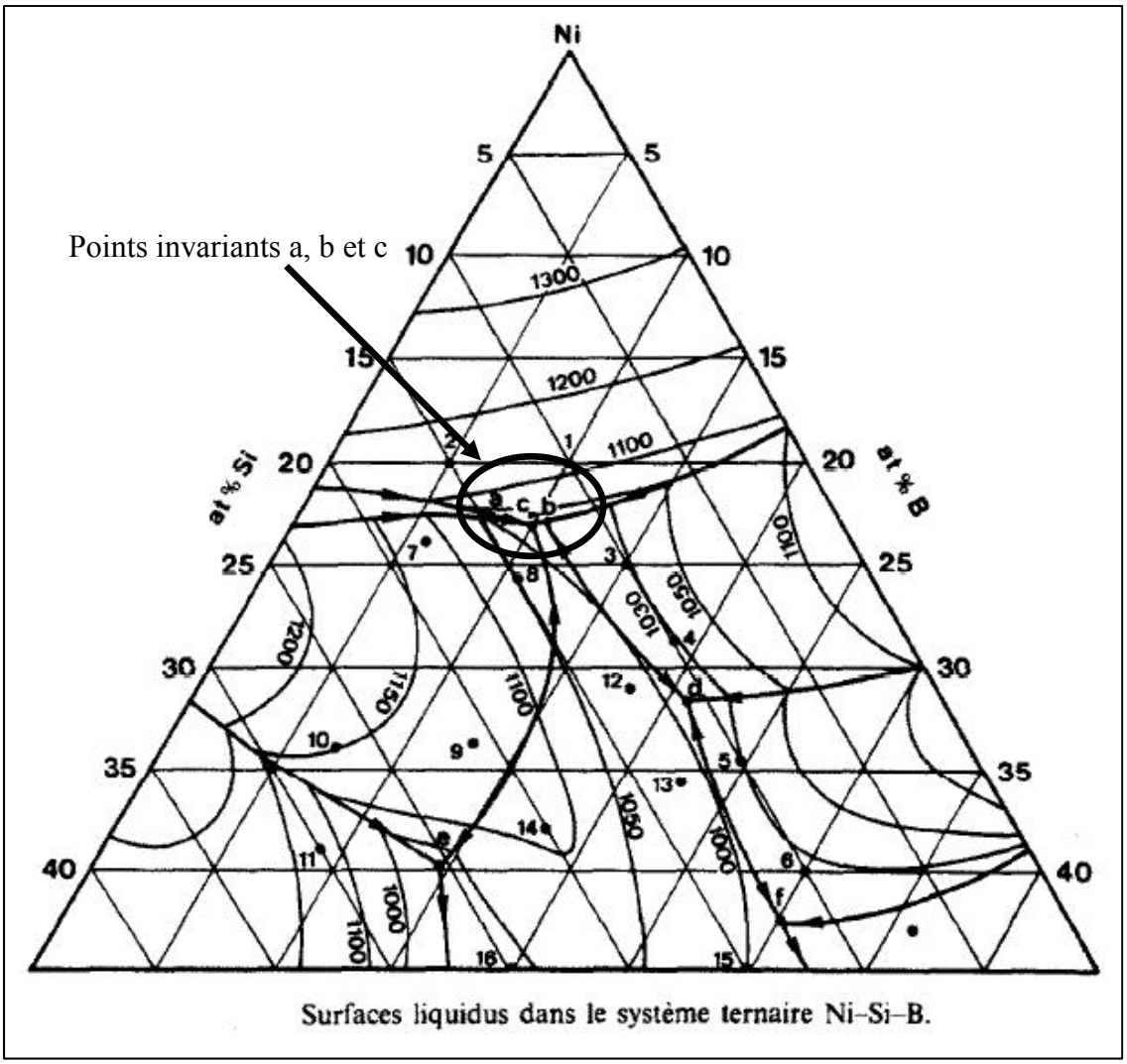


Figure 4.1 Projection du liquidus du système ternaire Ni-Si-B avec les points invariants a, b et c
(Lebaili et Hamar-Thibault, 1987)

Le processus de solidification va donc dépendre de la température de brasage utilisée et de la concentration de chacun des éléments au sein du composé ou de la phase. On s'aperçoit par exemple que le dans le cas du Palnicro 36M, seule la transformation b peut avoir lieu à cause de la température de brasage (996°C ou 1825°F). Mais ce cas-ci est légèrement à part car il contient du palladium qui peut modifier la température des points invariants dans une proportion, qui nous est inconnue. Dans les trois autres brasures, toutes les transformations présentées ci-dessus sont possibles et les résultats montrent qu'elles vont avoir lieu au centre

du joint, dernier lieu à se solidifier en formant des phases eutectiques. On sait aussi que la concentration du liquide en silicium va augmenter et celle de bore diminuer pour atteindre les critères de passage des points invariants a, b ou c. Le bore excédant va se solidifier en une phase contenant du bore juste avant la formation des phases eutectiques. D'après les constatations faites à partir des images du joint, la phase attenante à l'interface, celle qui se solidifie en premier, est la solution solide de γ-nickel. Son début de solidification a lieu lors du maintien à température, réalisé lors du processus de brasage, par une solidification isotherme. La diffusion du bore demande moins d'énergie au système que la diffusion du silicium car il est de plus petite taille (rayon atomique de 87 pm contre 111 pm) ce qui explique qu'il y ait formation de la solution solide (Ni), qui ne contient aucune trace de bore et qui dissout peu de silicium. Ceci est confirmé par le fait que l'on n'observe aucune diffusion du silicium en dehors du joint. Le Ni_3B, l'autre possibilité présentée par le diagramme de phases, ne se formera que lors du refroidissement. Ainsi la solution solide rejette le bore et le silicium non dissous dans le liquide avoisinant et seul le bore diffuse vers le métal de base. La phase liquide est alors riche en bore et aux vues des formes dendritiques des phases de borures de chrome (Figure 4.2), le composé suivant à se solidifier sont probablement les borures de chrome Cr-B. L'article de Lebaili et al. (1988) confirme ceci et parle même « d'eutectique CrB/(Ni) », expression à laquelle nous n'adhérons pas spécialement car il ne s'agit pas d'une structure eutectique.

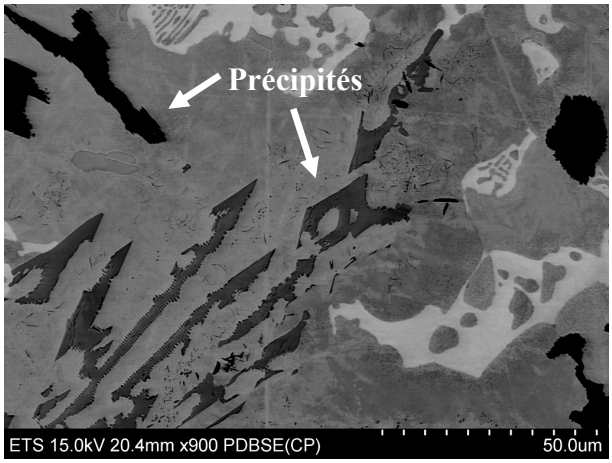


Figure 4.2 Image FEG de précpités Cr-B d'un joint de BNi-1a brasé 150 minutes

Dans le cas du BNi-2, peu complexe comparé aux autres cas, après formation de la solution solide et des précipités de chrome, il reste à former les phases eutectiques et le composé de nickel et bore. Les phases eutectiques, par définition, étant les dernières à se solidifier, l'avant-dernière phase à se former est la phase de nickel-bore ou plus précisément Ni_4B. Ni_4B est une phase métastable, présente dans le joint après refroidissement ce qui signifie donc que la composition du joint a rapidement atteint le point eutectique, après formation du Ni_4B, piégeant ainsi cette phase qui ne devrait pas être présente à température ambiante. Le schéma expliqué ci-dessus est similaire à celui du composé Ni_5Si_2 dans l'article de Lebaili et al. (1987). Il est difficile de dire à quel moment exactement le refroidissement débute lors de la solidification du joint car toutes les phases présentées jusqu'ici peuvent se solidifier à la température de brasage. Une chose est sûre par contre, lorsque les phases eutectiques se forment, après le Ni_4B, la température a baissé et donc le refroidissement a déjà commencé.

Tableau 4.2 Tableau présentant les compositions des différentes phases des joints à base nickel. S'il y a une croix, la précision de la mesure ne permet pas de déterminer une composition

	Brasures				
Principaux éléments	BNi-3 (150 min)	BNi-2 (150 min)	BNi-1a (150 min)	Palnicro 36M (15 min)	**types**
Ni-B	Ni_4B/ $Ni_{23}B_6$	Ni_4B/ $Ni_{23}B_6$		Ni_4B/ $Ni_{23}B_6$	phase simple
γ-Nickel	(Ni)	(Ni)	(Ni)	(Ni)	phase simple
Ni-Nb-B			$Ni_{16}B_5Nb$		phase simple
Ni-Si		Ni_3Si			phase simple
Ni-B	x				phase eutectique
γ-Nickel	(Ni)	(Ni)	(Ni)	(Ni)	phase eutectique
Ni-Nb-B	x	x	x		phase eutectique
Pd-Si-Ni				$Pd_{14}Si_5Ni$	phase eutectique
Ni-Si			x		phase eutectique
Précipités		CrB	Cr_5B_4Mo	Pd-Cr-B	précipités

Le Tableau 4.2 présente les différentes formules possibles et leurs caractéristiques pour chaque composé et phase présents dans le joint pour les alliages au nickel. Ces formules ont été obtenues en essayant de se rapprocher du système ternaire B-Ni-Si ou de d'autres systèmes binaires et ternaires en fonction des éléments majoritaires. Les phases Ni_4B et $Ni_{23}B_6$ sont des phases métastables. Les relevés sont assez différents de ceux des deux

articles Lebaili et al. (1987) et Lebaili et al. (1988) et les différences sont peut-être dues aux systèmes plus complexes que nous étudions dans cette étude. Par conséquent, il est assez difficile de connaître avec certitude par quel point invariant du système Ni-B-Si les brasures sont passées. Pour s'assurer également de l'exactitude des compositions, des analyses EBSD doivent être faites afin de comparer les paramètres cristallographiques de l'élément supposé avec ceux du composé du joint. Il s'agit là d'une des idées pour poursuivre le sujet de cette étude.

4.2 Solidification des alliages à base d'or

Les brasures à base d'or possèdent moins d'éléments (2 ou 3) et donc moins de phases que les alliages à base de nickel mais ils n'en sont pas moins complexes à comprendre. La problématique de ces alliages vient de la répartition des phases, de la proportion des sous phases et de la morphologie du joint (Figure 4.3).

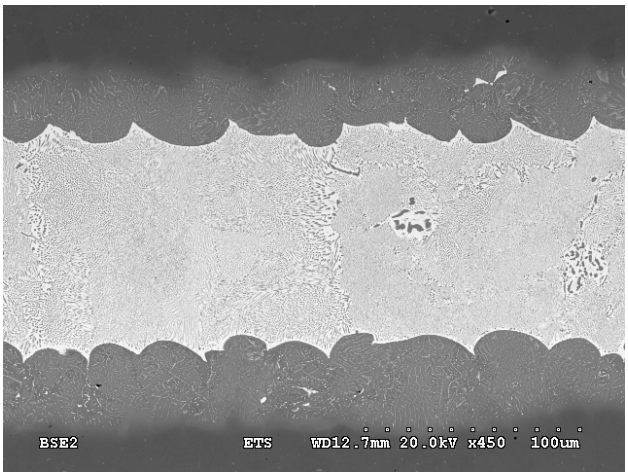


Figure 4.3 Image MEB d'un joint de BAu-4 brasé 150 minutes montrant la disposition des différentes phases dans le joint

En effet, de prime abord, la structure ressemble à une structure eutectique. Seulement il n'existe pas de point eutectique sur le diagramme de phases Ni-Au (Figure 4.4). Le point ressemblant à un point eutectique n'en est pas un car il est le siège de la transformation du

liquide en une solution solide, il y a parfaite miscibilité entre l'or et le nickel. Cependant, le passage de la ligne de fin de miscibilité entre l'or et le nickel répond aux conditions d'un eutectoïde : il impose une transformation d'une phase solide en deux solutions solides de compositions différentes. L'hypothèse de solidification est donc la suivante. La solidification débute au niveau de l'interface entre le joint liquide et le métal de base. Le liquide proche du joint est localement enrichi par le nickel du métal de base afin qu'il y ait un équilibre entre le métal de base et le liquide (a). Ceci expliquerait la présence de la solution solide à matrice riche en nickel. Comme vu dans les résultats du chapitre 3, il n'y a pas de diffusion de l'or dans le métal de base par conséquent, il n'y a pas de solidification isotherme. La phase riche en nickel commence alors à se solidifier lors du refroidissement. Du coup, au moment du refroidissement, deux solutions solides (Au-Ni), l'une riche en or et l'autre riche en nickel, apparaissent dû au passage du pseudo-eutectique (b et c). Le refroidissement se poursuit, jusqu'à ce que la température de fin de miscibilité entre l'or et le nickel soit atteinte (d). Une structure eutectoïde est alors susceptible de se former dans chacune des phases mais avec une matrice différente due aux proportions différentes d'or et de nickel (Figure 4.4). Les compositions du diagramme ne correspondent pas forcément aux relevés présentés dans les résultats mais cela est sûrement dû au fait que le diagramme de phase a été réalisé à l'équilibre et à des vitesses beaucoup élevées que celle utilisées dans cette étude, bien supérieures à 0,1°/s (0,18°F/s). Par conséquent la zone de miscibilité est modifiée par rapport à la théorie du diagramme de phase.

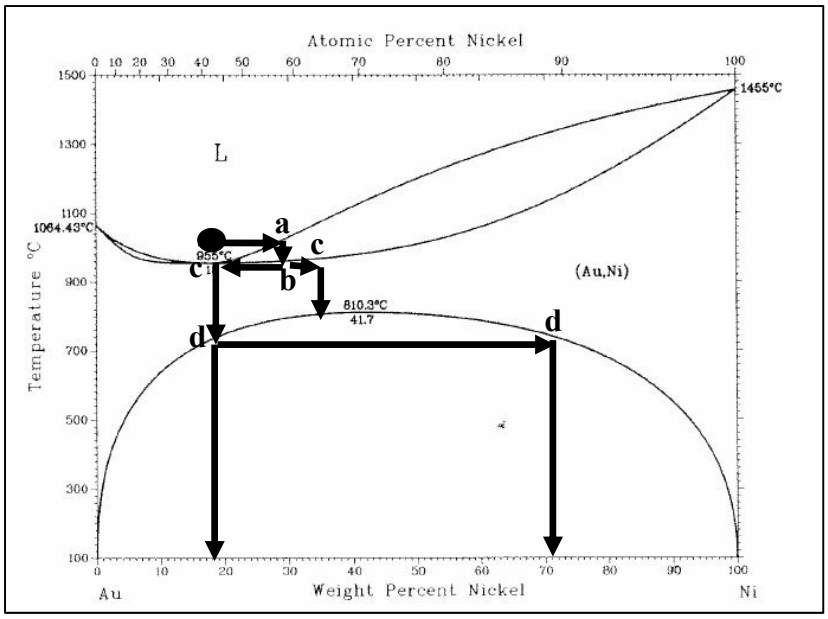
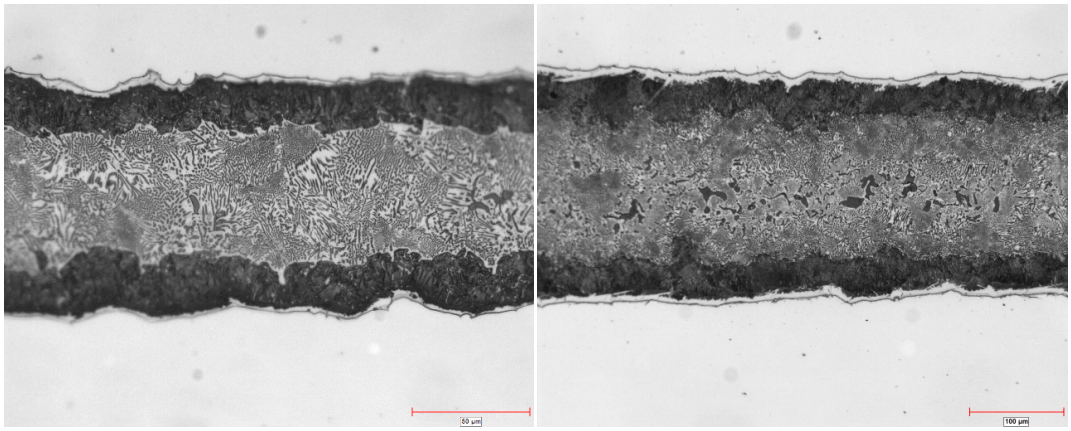


Figure 4.4 Diagramme de phases binaire Au-Ni avec le chemin parcouru lors du brasage d'un alliage BAu-4 par la phase riche en or
(Okamoto et Massalski, 1991)

L'article de Colbus et al. (1974) semble confirmer ces hypothèses mais il n'est pas très précis dans sa description et aucune microstructure n'est présentée pour illustrer ses dires. L'article de Nowacki et al. (2004) peut également être relié à ces hypothèses. Après un brasage de 2 heures et un refroidissement particulièrement lent (0,1K/s ou 0,18°F/s), ce dernier fait subir à l'échantillon un vieillissement à 450°C pendant 2 heures. Si on considère qu'il y a une structure eutectoïde dans nos joints brasés, alors ce traitement n'est pas sans rappeler le recuit de globularisation, bien connu dans le domaine des aciers pour transformer une structure eutectoïde lamellaire en structure eutectoïde globulaire. En poussant à l'extrême ce traitement, on devrait arriver à séparer complètement les deux sous-phases de la structure. C'est peut-être ce qu'il s'est passé dans l'article de Nowacki et al. (2004) transposé aux alliages à base d'or.

Des essais pour montrer la transformation eutectoïde ont été réalisés en prenant des échantillons brasés en V de l'étude. Les échantillons ont alors été replacés dans le four de brasage pendant 2 heures à 454°C (850°F). Après observations de ces éprouvettes, un début

de coalescence des sous-phases de la phase centrale du joint a pu être observé (Figure 4.5). Ceci a lieu aussi bien pour 15 minutes que pour 150 minutes mais seulement dans le cas du BAu-6. BAu-4 ne présente pas de trace de coalescence de phases. D'autres essais doivent être faits pour vérifier que l'on a bien une transformation eutectoïde au passage de la ligne de fin de miscibilité : la microstructure doit être observée juste avant le passage soit vers 850°C en stoppant net le développement de la microstructure avec une trempe. Ces essais servent également à démontrer que l'on peut modifier la microstructure des alliages à base d'or sans pour autant augmenter la température ce qui serait préjudiciable à l'assemblage et ainsi se diriger vers une microstructure avec un eutectique globulaire ou carrément vers une microstructure avec séparation complète des deux phases de solutions solides. Reste alors à déterminer, via des tests mécaniques, laquelle des microstructures est la plus apte à remplir les fonctions demandées pour la brasure.



(a) (b)

Figure 4.5 Images prises au microscope optique montrant un début de coalescence de la phase centrale dans un joint de BAu-6 brasé (a) 15 minutes (grossissement x500) et (b) 150 minutes (grossissement x 200)

CONCLUSION

Les premiers essais réalisés sur les différentes pâtes à braser de cette étude, soit le BA-13a, le BCu-1, leBAu-4, le BAu-6, le BNi-1a, le BNi-2, le BNi-3 et le Palnicro 36M, sont les essais de mouillage. Ils ont permis de mettre en évidence le comportement en mouillage et sous différents paramètres du four, de chaque alliage :

- Tous les alliages étudiés ont un angle de mouillage compris entre 2° et 15° : le mouillage est donc excellent.
- Tous les alliages ont un bon étalement, aucun n'a eu un étalement excessif ou incontrôlable.
- Le brasage optimal est obtenu pour les deux températures d'introduction de l'atmosphère dans le four (93°C et 650°C) lorsque la pression de cette atmosphère inerte est à respectivement 133 Pa (1000 µm) et 88 Pa (600 µm).

Les essais suivants ont servis à analyser, caractériser et identifier les microstructures des joints brasés. Les joints ont ainsi montré que les alliages de brasage ont formé plusieurs zones facilement identifiables :

- une zone de diffusion,
- une zone d'interface,
- une zone de solution solide (sauf dans les cas du BAu-4 et du BAu-6),
- une zone multiphasée pour les alliages à base de nickel et une zone eutectique seulement pour les autres, exception faite du BCu-1.

Les essais ont montré que ces zones se retrouvaient aussi bien pour un temps de brasage de 15 minutes qu'un temps de brasage de 150 minutes. Les morphologies du joint sont quasi identiques pour les deux temps de brasage. Les différences sont principalement visibles en termes dimensionnels. Au bout de 150 minutes le joint est plus large que celui de 15 minutes, essentiellement dû à la plus grande diffusion des éléments vers le métal de base. Le temps de brasage à un effet particulier sur les alliages à base nickel est l'évolution de la MBC : elle

augmente si le temps de brasage augmente, là aussi dû à une plus importante diffusion des éléments vers le métal de base pour des temps d'exposition à la température de brasage plus important.

L'étude des alliages au nickel a démontré qu'il ne fallait pas tous les assimiler au BNi-2 car chaque alliage a ses spécificités, même s'il existe de nombreux points communs :

- Les zones d'interface et de diffusion ne se présentent pas de façon identique même si le métal de base est le même.
- Les zones eutectiques peuvent être binaires (BNi-2 et Palnicro 36M) ou ternaires (BNi-3 et BNi-1a) et constituées de phases différentes.
- Les composés définis, ou phases simples, sont différents dans chaque alliage.
- Les précipitations au sein du joint sont spécifiques à chaque alliage et prennent des formes différentes.

Enfin concernant les autres alliages, on peut noter les faits suivants :

- Les brasures à base d'or, BAu-4 et BAu-6, ont révélé une structure de type eutectique constituée d'aiguilles particulièrement fines. Un changement de proportion de phases entre la zone d'interface et la partie centrale du joint a été observé.
- La brasure à base argent, BAg-13a, présente une structure eutectique en « dentelle » en concordance avec le diagramme de phases Ag-Cu. Le cuivre a également une importante diffusion dans le métal de base.
- La brasure cuivre, BCu-1, est simplement constituée d'une solution solide de cuivre avec une ligne de précipités de chrome dans la partie centrale du joint. La dissolution du métal de base dans le joint est importante, probablement due à la forte affinité entre le nickel et le cuivre.

Les microscopes électroniques à balayage ont joué un rôle très important dans cette étude. L'utilisation du FEG a permis de prendre des images à haute résolution des microstructures.

Par contre, la technique EDS associé à ce microscope ne permet pas la quantification du bore. A l'inverse, la microsonde atomique permet une analyse des compositions chimique mais pas de faire des clichés d'une grande qualité. Les deux microscopes nous ont donc été indispensables et ont permis une meilleure précision dans cette étude.

Grâce à cette étude, les compositions des joints brasés sont ainsi mieux connues. En s'aidant des diagrammes de phases correspondants à chaque alliage, il va désormais être possible de modifier les microstructures, principalement pour les alliages à base nickel et or. Par exemple, pour les alliages à base d'or, deux microstructures peuvent être obtenues : une de type eutectique avec deux composés et une de type solutions solides dans deux phases bien séparées. Il va désormais être important de savoir laquelle de ces microstructures est la plus performante pour répondre aux critères imposés pour la tenue mécanique de l'assemblage et pour cela des tests mécaniques sont nécessaires.

ANNEXE I

Matrice des essais de mouillage

Tableau-A I-1 Matrice des essais de mouillage

Brasures	Introduction de la pression partielle d'argon à **93°C (200°F)**			Introduction de la pression partielle d'argon à **649°C (1200°F)**		
	27 Pa 200 µ	**80 Pa 600 µ**	**133 Pa 1000 µ**	**27 Pa 200 µ**	**80 Pa 600 µ**	**133 Pa 1000 µ**
CPW 296 LCPMC 72001 Bag-13a	200-200-CPW296	600-200-CPW296	1000-200-CPW296	200-1200-CPW296	600-1200-CPW296	1000-1200-CPW296
LCPMC 72002 Bau-4	200-200-72002	600-200-72002	1000-200-72002	200-1200-72002	600-1200-72002	1000-1200-72002
CPW 475 LCPMC 72008 Palnicro 36M	200-200-CPW475	600-200-CPW475	1000-200-CPW475	200-1200-CPW475	600-1200-CPW475	1000-1200-CPW475
AMS 4777 LCPMC 72004	200-200-72004	600-200-72004	1000-200-72004	200-1200-72004	600-1200-72004	1000-1200-72004
LCPMC 72005 Bni-3	200-200-72005	600-200-72005	1000-200-72005	200-1200-72005	600-1200-72005	1000-12000-72005
LCPMC 72062 Bau-6	200-200-72062	600-200-72062	1000-200-72062	200-1200-72062	600-1200-72064	1000-1200-72064
LCPMC 72003 Bcu-1	200-200-CU	600-200-CU	1000-200-CU	200-1200-CU	600-1200-CU	1000-1200-CU
CPW 494 LCPMC 72014 Bni-1a	200-200-CPW494	600-200-CPW494	1000-200-CPW494	200-1200-CPW494	600-1200-CPW494	1000-1200-CPW494

	996°C ± 4°C (1825°F)		1066°C ± 4°C (1950°F)		1121°C ± 4°C (2050°F)
	1052°C ± 4°C (1925°F)		1079°C ± 4°C (1975°F)		1135°C ± 4°C (2075°F)

ANNEXE II

MATRICES DES ESSAIS DE BRASAGE

Tableau-A II-1 Matrice des essais de brasage pour un temps de brasage de 15 minutes

Soaking Time : 15 min		**Reference**	
Filler metal	**Recipes**	Sample # 1	Sample # 2
CPW 296 LCPMC 72001 Bag-13a	BRAZE-1000-200-CPW296-1825-15	V-CPW296-1825-15-1	V-CPW296-1825-15-2
LCPMC 72002 Bau-4	Id	V-72002-1825-15-1	V-72002-1825-15-2
CPW 475 LCPMC 72008 Palnicro 36M	Id	V-CPW475-1825-15-1	V-CPW475-1825-15-2
AMS 4777 LCPMC 72004	BRAZE-1000-200-AMS4777-1925-15	V-72004-1925-15-1	V-72004-1925-15-2
LCPMC 72005 Bni-3	BRAZE-1000-200-72005-1950-15	V-72005-1950-15-1	V-72005-1950-15-2
LCPMC 72062 Bau-6	BRAZE-1000-200-72062-1975-15	V-72062-1975-15-1	V-72062-1975-15-2
LCPMC 72003 Bcu-1	BRAZE-1000-200-CU-2050-15	V-CU-2050-15-1	V-CU-2050-15-2
CPW 494 LCPMC 72014 Bni-1a	BRAZE-1000-200-CPW494-2075-15	V-CPW494-2075-15-1	V-CPW494-2075-15-2

Tableau-A II-2 Matrice des essais de brasage pour un temps de brasage de 150 minutes

Soaking Time : 150 min

Filler metal	**Recipes**	**Reference** Sample # 1	Sample # 2
CPW 296 LCPMC 72001 Bag-13a	BRAZE-1000-200-CPW296-1825-150	V-CPW296-1825-150-1	V-CPW296-1825-150-2
LCPMC 72002 Bau-4	Id	V-72002-1825-150-1	V-72002-1825-150-2
CPW 475 LCPMC 72008 Palnicro 36M	Id	V-CPW475-1825-150-1	V-CPW475-1825-150-2
AMS 4777 LCPMC 72004	BRAZ-1000-200-AMS4777-1925-150	V-72004-1925-150-1	V-72004-1925-150-2
LCPMC 72005 Bni-3	BRAZE-1000-200-72005-1950-150	V-72005-1950-150-1	V-72005-1950-150-2
LCPMC 72062 Bau-6	BRAZE-1000-200-72062-1975-150	V-72062-1975-150-1	V-72062-1975-150-2
LCPMC 72003 Bcu-1	BRAZE-1000-200-CU-2050-150	V-CU-2050-150-1	V-CU-2050-150-2
CPW 494 LCPMC 72014 Bni-1a	BRAZE-1000-200-CPW494-2075-150	V-CPW494-2075-150-1	V-CPW494-2075-150-2

	996°C ± 4°C		1066°C ± 4°C		1121°C ± 4°C
	1052°C ± 4°C		1079°C ± 4°C		1135°C ± 4°C

ANNEXE III

RECETTES DE BRASAGE

```
*****************************************************************************
*                          Pratt & Whitney Canada                           *
*                     Heat Treat Process Control System                     *
*                           Recipe & Parts Report                           *
*                         Wed Feb 02 05:39:53 2011                          *
*****************************************************************************
Recipe No:  BRAZE-1000-200-CPW296-1825-150
Notes:
Op. No:     5
Batch No:   635487
Parent Dept:mc
Badge Id:   29263
Part No:    test pcs
Part Qty:   8
Facility:   VAC-18
Load TCS:   3

00 LEVEL max. -10.0000 MIC
01 LEAK TEST for 15 mins. max. of 30 Mics/hr.
02 PARTIAL PRESSURE ARGON at 1000 Mics above 200 deg.F
03 RAMP at 20.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min
04 SOAK at 1000 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:10 hh:mm
05 RAMP at 20.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min
06 SOAK at 1350 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:10 hh:mm
07 RAMP at 40.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min
08 SOAK at 1825 deg.F +/- 25/25 deg.F for 02:30 hh:mm
09 PARTIAL PRESSURE ARGON COOL at 1000 Mics to 1000 deg.F
10 FORCED COOL ARGON to 200 deg.F
11 End Of Recipe
```

Figure-A III-1 Recette de brasage du BAg-13A, du BAu-4 et du Palnicro 36M

```
*******************************************************************************
*                              Pratt & Whitney Canada                         *
*                         Heat Treat Process Control System                   *
*                              Recipe & Parts Report                          *
*                            Thu Feb 03 08:04:28 2011                         *
*******************************************************************************
Recipe No:  BRAZ-1000-200-AMS4777-1925-150
Notes:
Op. No:     0000
Batch No:   635487
Parent Dept:MC
Badge Id:   18361
Part No:    TEST PCS AMS 5599
Part Qty:   4
Facility:   VAC-18
Load TCS:   3

00 LEVEL max. -10.0000 MIC
01 LEAK TEST for 15 mins. max. of 30 Mics/hr.
02 PARTIAL PRESSURE ARGON at 1000 Mics above 200 deg.F
03 RAMP at 20.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min
04 SOAK at 1000 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:10 hh:mm
05 RAMP at 20.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min
06 SOAK at 1700 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:10 hh:mm
07 RAMP at 40.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min
08 SOAK at 1925 deg.F +/- 25/25 deg.F for 02:30 hh:mm
09 PARTIAL PRESSURE ARGON COOL at 1000 Mics to 1000 deg.F
10 FORCED COOL ARGON to 200 deg.F
11 End Of Recipe
```

Figure-A III-2 Recette de basage du BNi-2

```
*******************************************************************************
*                              Pratt & Whitney Canada                         *
*                         Heat Treat Process Control System                   *
*                              Recipe & Parts Report                          *
*                            Sat Oct 30 15:20:03 2010                         *
*******************************************************************************
Recipe No:  BRAZE-1000-1200-72005-1950-15
Notes:
Op. No:     0001
Batch No:   635487
Parent Dept:mc
Badge Id:   23904
Part No:    test pieces
Part Qty:   8
Facility:   VAC-18
Load TCS:   3

00 LEVEL max. 0.5000 MIC
01 LEAK TEST for 15 mins. max. of 30 Mics/hr.
02 PARTIAL PRESSURE ARGON at 1000 Mics above 1200 deg.F
03 RAMP at 20.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min
04 SOAK at 1000 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:10 hh:mm
05 RAMP at 20.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min
06 SOAK at 1725 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:10 hh:mm
07 RAMP at 40.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min
08 SOAK at 1950 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:15 hh:mm
09 PARTIAL PRESSURE ARGON COOL at 1000 Mics to 1000 deg.F
10 FORCED COOL ARGON to 200 deg.F
11 End Of Recipe
```

Figure-A III-3 Recette de brasage du BNi-3

```
*****************************************************************************
*                          Pratt & Whitney Canada                           *
*                     Heat Treat Process Control System                     *
*                          Recipe & Parts Report                            *
*                        Fri Feb 11 05:44:12 2011                           *
*****************************************************************************
Recipe No:  BRAZE-1000-200-72062-1975-150
Notes:
Op. No:     0005
Batch No:   635487
Parent Dept:MC
Badge Id:   29887
Part No:    TEST PIECES
Part Qty:   4
Facility:   VAC-18
Load TCS:   3

00 LEVEL max. -10.0000 MIC
01 LEAK TEST for 15 mins. max. of 30 Mics/hr.
02 PARTIAL PRESSURE ARGON at 1000 Mics above 200 deg.F
03 RAMP at 20.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min
04 SOAK at 1000 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:10 hh:mm
05 RAMP at 20.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min
06 SOAK at 1775 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:10 hh:mm
07 RAMP at 40.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min
08 SOAK at 1975 deg.F +/- 25/25 deg.F for 02:30 hh:mm
09 PARTIAL PRESSURE ARGON COOL at 1000 Mics to 1000 deg.F
10 FORCED COOL ARGON to 200 deg.F
11 End Of Recipe
```

Figure-A III-4 Recette de brasage du BAu-6

```
*****************************************************************************
*                          Pratt & Whitney Canada                           *
*                     Heat Treat Process Control System                     *
*                          Recipe & Parts Report                            *
*                        Thu Oct 21 20:40:55 2010                           *
*****************************************************************************
Recipe No:  BRAZE-1000-200-CU-2050-15
Notes:
Op. No:     0000
Batch No:   635487
Parent Dept:MC
Badge Id:   18361
Part No:    TEST PCS
Part Qty:   8
Facility:   VAC-18
Load TCS:   3

00 LEVEL max. 1.0000 MIC
01 PARTIAL PRESSURE ARGON at 1000 Mics above 200 deg.F
02 RAMP at 25.0 deg.F/min +/-10.0 deg.F/min
03 SOAK at 800 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:10 hh:mm
04 RAMP at 25.0 deg.F/min +/-10.0 deg.F/min
05 SOAK at 1200 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:15 hh:mm
06 RAMP at 25.0 deg.F/min +/-10.0 deg.F/min
07 SOAK at 1450 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:15 hh:mm
08 RAMP at 25.0 deg.F/min +/-10.0 deg.F/min
09 SOAK at 1970 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:30 hh:mm
10 RAMP at 25.0 deg.F/min +/-10.0 deg.F/min
11 SOAK at 2050 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:15 hh:mm
12 PARTIAL PRESSURE ARGON at 1000 Mics above 1000 deg.F
13 FORCED COOL ARGON to 200 deg.F
14 End Of Recipe
```

Figure-A III-5 Recette de brasage du BCu-1

- BNi-1a

```
**********************************************************************************
*                          Pratt & Whitney Canada                                *
*                      Heat Treat Process Control System                         *
*                           Recipe & Parts Report                                *
*                         Thu Oct 14 00:29:20 2010                               *
**********************************************************************************
Recipe No:  BRAZE-1000-200-CPW494-2075-15
Notes:      CHG VAC 0.0/PUMP 1.0
Op. No:     0005
Batch No:   635487
Parent Dept:mc
Badge Id:   37155
Part No:    test pieces
Part Qty:   8
Facility:   VAC-18
Load TCS:   3

00 LEVEL max. -0.5000 MIC
01 LEAK TEST for 15 mins. max. of 30 Mics/hr.
02 PARTIAL PRESSURE ARGON at 1000 Mics above 200 deg.F
03 RAMP at 20.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min
04 SOAK at 1000 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:10 hh:mm
05 RAMP at 20.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min
06 SOAK at 1725 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:10 hh:mm
07 RAMP at 40.0 deg.F/min +/-15.0 deg.F/min
08 SOAK at 2075 deg.F +/- 25/25 deg.F for 00:15 hh:mm
09 PARTIAL PRESSURE ARGON COOL at 1000 Mics to 1000 deg.F
10 FORCED COOL ARGON to 200 deg.F
11 End Of Recipe
```

Figure-A III-6 Recette de brasage du BNi-1a

ANNEXE IV

CHOIX DE PRÉSENTATION EN POURCENTAGE MASSIQUE ET MÉTHODE POUR OBTENIR UNE COMPOSITION CHIMIQUE

Dans cette étude, nous avons pris le parti de présenter les résultats en pourcentages massiques. Il y a à cela deux explications. La première concerne la littérature : la quasi-totalité des articles à propos du brasage présentent leurs résultats en pourcentages massiques. Dans un souci de future comparaison avec la littérature, il est donc souhaitable que nous travaillions en pourcentages massiques. La seconde explication concerne un aspect plus pratique : tous les appareils de mesures chimiques délivrent les résultats en pourcentages massiques car cela découle tout simplement de leur principe de fonctionnement.

Bien évidemment, les appareils donnent également les mesures en pourcentages atomiques si on le désire mais alors les pourcentages sont normalisés, c'est-à-dire ramené sur 100%. Cela est un inconvénient important pour notre étude car alors il nous est impossible d'avoir un œil critique vis-à-vis des relevés. En effet, lorsqu'il y a présence de bore dans une phase, le microscope FEG ne va pas être capable de le quantifier, en revanche il reconnaît qu'il lui manque un élément et va donc afficher un total de par exemple 85%. Ceci nous permet de savoir que du bore est présent dans cette phase et par conséquent de se diriger vers une analyse EPMA. Cette observation n'est pas possible si le pourcentage est normalisé. De plus certaines mesures peuvent être excessives c'est-à-dire que l'appareil va afficher un total de 105%. Les mesures sont donc à traiter avec un certain recul car alors l'appareil à surestimer la présence d'un ou de plusieurs éléments.

Ces raisons expliquent notre choix de présentation en pourcentage massique, cependant le pourcentage atomique est parfois indispensable. Ainsi lorsqu'on essaye de trouver la composition d'un composé, par exemple, nous devons travailler en pourcentages atomiques. Pour cela, nous associons en général les atomes similaires. De cette façon, le pourcentage total de nickel par exemple va être compléter de celui du chrome et du fer. Le pourcentage de

niobium va être en général associé à celui du molybdène. Parfois, le pourcentage de nickel et de cuivre seront assimilés selon les cas. Ce raisonnement comporte certainement une grande marge d'erreurs mais il permet de bien dégrossir la situation et ainsi d'avoir un aperçu rapide des compositions éventuelles. Pour un souci de place, les pourcentages atomiques ne sont pas présentés dans cette étude.

ANNEXE V

MESURES DES DIAMÈTRES D'ÉTALEMENTS DES DIFFÉRENTS ALLIAGES DE BRASAGE

Tableau-A V-1 Suite du relevé des diamètres d'étalements en centimètres des essais de mouillage

Seconde série

	Introduction pression partielle Ar à **93°C (200°F)**			Introduction pression partielle Ar à **649°C (1200°F)**		
	27 Pa 200 µm	**80 Pa 600 µm**	**133 Pa 1000 µm**	**27 Pa 200 µm**	**80 Pa 600 µm**	**133 Pa 1000 µm**
CPW 296 LCPMC 72001 Bag-13a	2,23	2,01	2,59	1,85	1,96	1,75
LCPMC 72002 Bau-4	1,29	1,32	1,24	1,24	1,32	1,35
CPW 475 LCPMC 72008 Palnicro 36M	1,17	1,09	1,09	1,14	1,17	1,12
AMS 4777 LCPMC 72004	0,99	0,97	0,97	0,97	0,97	0,94
LCPMC 72005 Bni-3	1,14	1,02	1,02	1,07	1,02	0,99
LCPMC 72062 Bau-6	1,29	1,29	1,22	1,29	1,19	1,27
LCPMC 72003 Bcu-1		1,04	1,07	0,99	1,07	1,09
CPW 494 LCPMC 72014 Bni-1a	1,17	1,14	1,24	1,17	1,19	1,24

996°C ± 4°C (1825°F)
1052°C ± 4°C (1925°F)
1066°C ± 4°C (1950°F)
1079°C ± 4°C (1975°F)
1135°C ± 4°C (2075°F)
1121°C ± 4°C (2050°F)

ANNEXE VI

MESURES DES ANGLES DE MOUILLAGE DES DIFFÉRENTS ALLIAGES DE BRASAGE

Tableau-A VI-1 Suite du relevé des angles de mouillage en degré des essais de mouillage

Seconde série

	Introduction de la pression partielle d'argon à **93°C (200°F)**			Introduction de la pression partielle d'argon à **649°C (1200°F)**		
	27 Pa 200 µm	**80 Pa 600 µm**	**133 Pa 1000 µm**	**27 Pa 200 µm**	**80 Pa 600 µm**	**133 Pa 1000 µm**
CPW 296 LCPMC 72001 Bag-13a	10,02	4,41	4,24	11,08	3,93	8,55
LCPMC 72002 Bau-4	3,10	4,46	3,61	4,05	3,69	2,93
CPW 475 LCPMC 72008 Palnicro 36M	4,60	4,00	3,35	4,05	4,02	4,39
AMS 4777 LCPMC 72004	5,55	5,21	6,19	6,18	7,26	5,81
LCPMC 72005 Bni-3	5,01	5,93	6,10	6,05	4,54	7,14
LCPMC 72062 Bau-6	3,46	3,83	3,32	3,15	2,32	4,14
LCPMC 72003 Bcu-1		6,61	6,14	6,01	5,33	5,87
CPW 494 LCPMC 72014 Bni-1a	9,36	10,74	7,40	10,44	8,54	7,65

996°C ± 4°C (1825°F)	1066°C ± 4°C (1950°F)	1135°C ± 4°C (2075°F)
1052°C ± 4°C (1925°F)	1079°C ± 4°C (1975°F)	1121°C ± 4°C (2050°F)

ANNEXE VII

RELEVÉS DES ANALYSES DE COMPOSITIONS CHIMIQUES DE L'ALLIAGE BNI-3

Zones d'interface et de diffusion à x2500

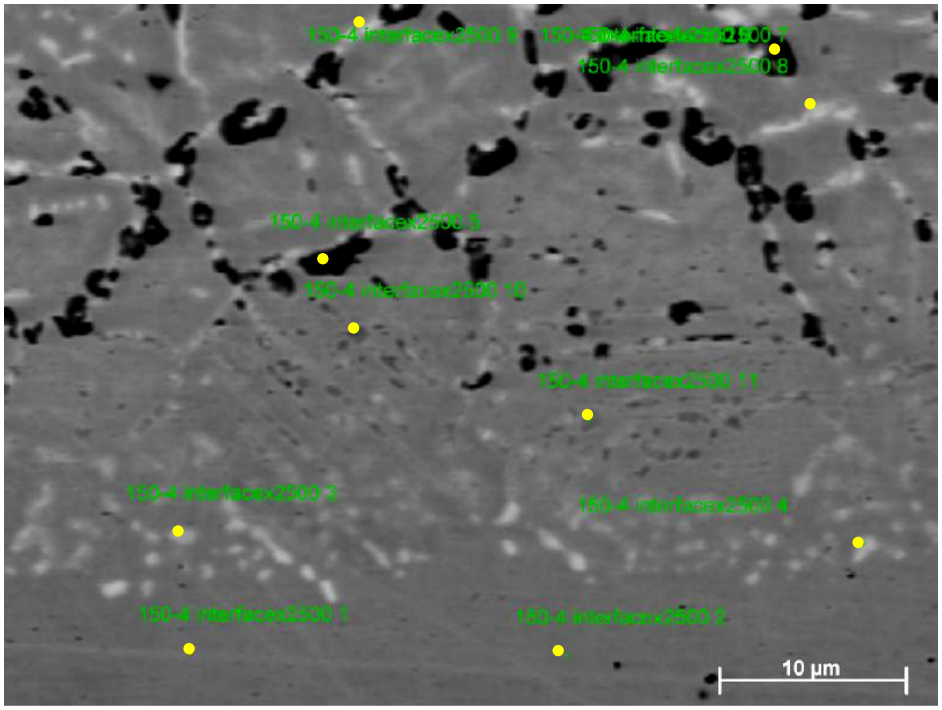


Figure-A VII-1 Image FEG des pointés d'analyses chimiques de la zone d'interface et de diffusion du BNi-3 brasé 150 minutes. Le pointé correspond au point jaune situé en dessous de l'identification du pointé

Tableau-A VII-1 Relevé des compositions chimiques FEG en pourcentages massiques des pointés de la zone d'interface et de diffusion d'un joint de BNi-3 brasé 150 minutes

Pointé	Ni	Cr	Fe	Si	Mo	B	Nb	Total	Phase
1	81,30	8,47	1,89	2,29	2,08	0,00	1,08	97,11	γ
2	81,86	7,85	1,74	2,42	1,78	0,00	1,04	96,68	γ
3	18,13	21,63	0,95	0,33	42,24	0,00	3,10	86,39	Zone B'
4	17,62	21,07	0,85	0,31	43,07	0,00	3,03	85,95	Zone B'
5	9,53	61,62	1,19	0,06	10,89	0,01	0,90	84,21	Zone B
6	11,07	58,77	1,30	0,06	12,26	0,01	1,41	84,87	Zone B
7	6,21	63,24	0,92	0,09	13,58	0,00	1,00	85,04	Zone B
8	24,94	21,55	1,92	0,09	37,00	0,00	5,43	90,93	Zone A
9	21,98	25,39	1,72	0,08	35,58	0,00	5,49	90,25	Zone A
10	22,43	35,86	1,80	0,13	21,66	0,01	2,71	84,59	Zone B'/B
11	19,14	34,44	1,24	0,26	27,00	0,00	2,79	84,87	Zone B4/B

Zone multiphasée au centre du joint à x1000

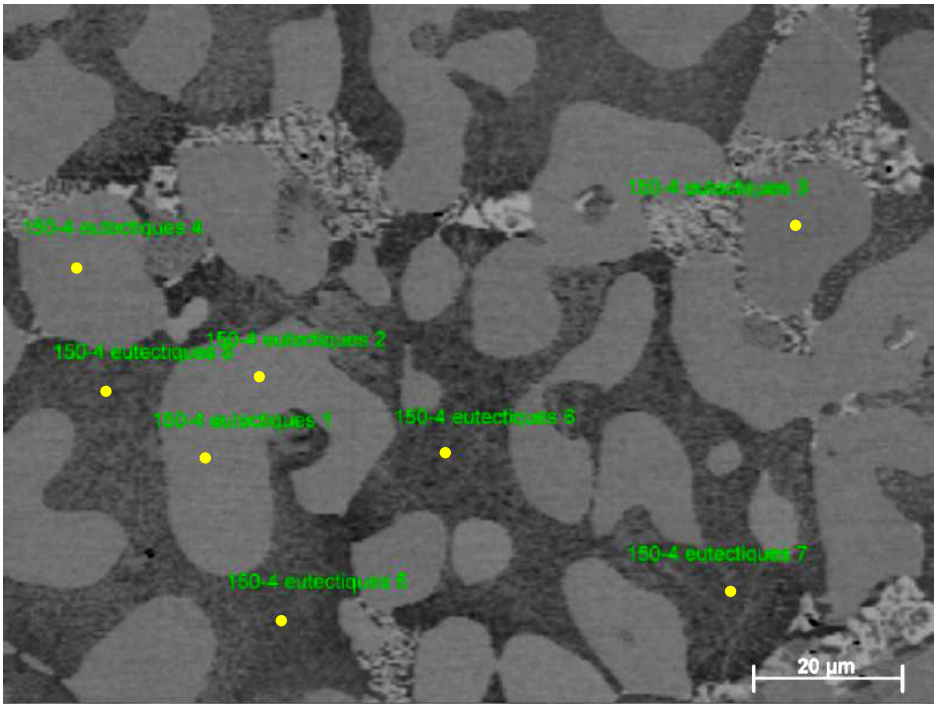


Figure-A VII-2 Image FEG des pointés des analyses chimiques de la zone multiphasée d'un joint de BNi-3 brasé 150 minutes

Tableau-A VII-2 Relevé des compositions chimiques FEG et EPMA en pourcentages massiques des pointés de la zone multiphasée d'un joint de BNi-3 brasé 150 minutes

Pointé	Ni	Cr	Fe	Si	Mo	B	Nb	Total	Phase	Microscope
1	86,33	0,51	0,22	0,00	0,00	1,18		88,23	Ni-B	FEG
1	94,23	0,44	0,07	0,03	0,04	4,29	0,04	99,14	Ni-B	EPMA
2	86,76	0,43	0,16	0,00	0,02	1,18		88,55	Ni-B	FEG
3	85,93	0,49	0,14	0,00	0,01	0,77		87,35	Ni-B	FEG
3	94,24	0,47	0,14	0,04	0,02	3,85	0,03	98,79	Ni-B	EPMA
4	86,67	0,52	0,13	0,00	0,00	1,09		88,41	Ni-B	FEG
4	94,01	0,52	0,17	0,03	0,01	4,33	0,07	99,13	Ni-B	EPMA
5	83,53	1,02	0,36	7,68	0,45	0,69		93,72	γ	FEG
5	90,70	1,02	0,36	8,58	0,38	0,00	0,28	101,32	γ	EPMA
6	83,66	1,02	0,42	7,70	0,41	0,63		93,83	γ	FEG
6	90,63	1,09	0,33	8,07	0,36	0,00	0,21	100,68	γ	EPMA
7	82,86	1,05	0,37	8,18	0,51	0,77		93,73	γ	FEG
8	84,87	1,11	0,44	7,64	0,48	0,71		95,25	γ	FEG

Zone eutectique au centre du joint à x6000

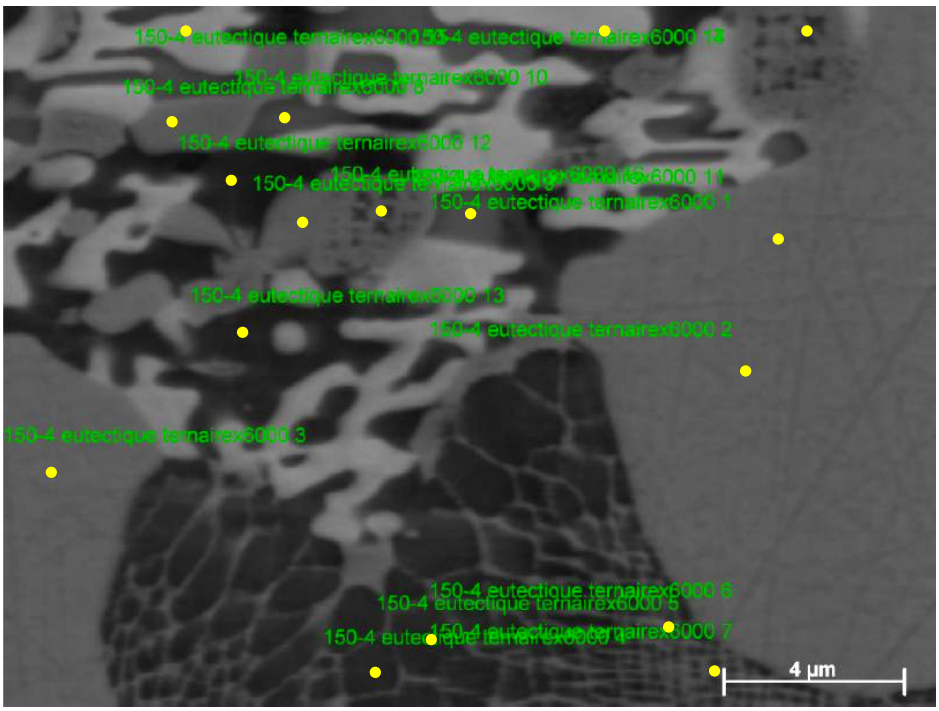


Figure-A VII-3 Image FEG des pointés d'analyses chimiques de la zone eutectique d'un joint de BNi-3 brasé 150 minutes

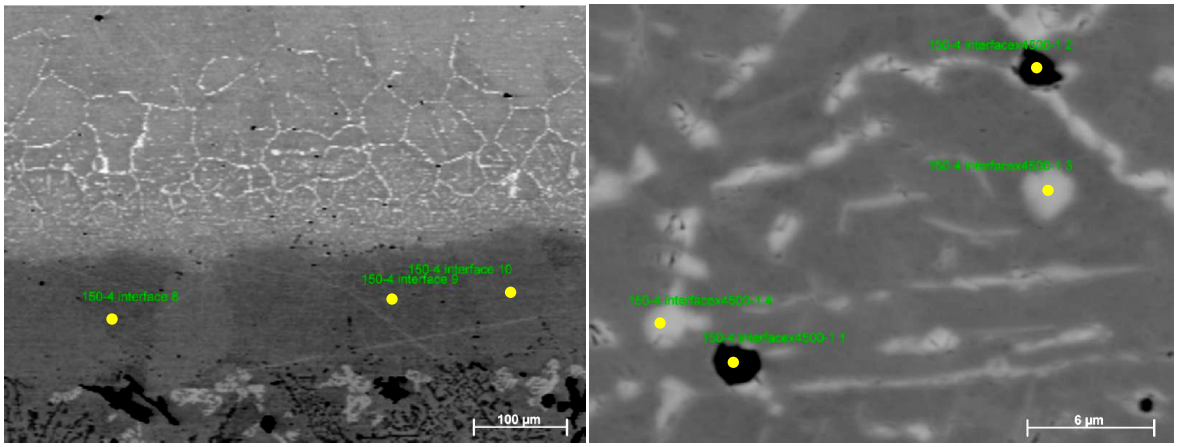
Tableau-A VII-3 Relevé des compositions chimiques FEG en pourcentages massiques des pointés de la zone eutectique d'un joint de BNi-3 brasé 150 minutes

Pointé	Ni	Cr	Fe	Si	Mo	B	Nb	Total	Phase
1	88,60	0,63	0,24	0,26	0,24	0,00	0,18	90,15	γ
2	88,60	0,61	0,24	0,00	0,13	0,01	0,00	89,59	γ
3	87,67	0,87	0,37	0,00	0,23	0,01	0,00	89,16	γ
4	84,15	0,60	0,34	11,19	0,30	0,01	0,35	96,93	γ
5	84,36	0,57	0,29	11,20	0,16	0,01	0,28	96,87	γ
6	85,38	1,56	0,55	7,95	0,73	0,01	0,15	96,33	γ
7	85,88	1,59	0,63	7,38	0,77	0,01	0,18	96,43	γ
8	87,43	1,13	0,21	0,24	0,58	0,01	0,00	89,59	Ni-B
9	87,39	1,29	0,40	0,67	0,82	0,01	0,17	90,76	Ni-B
10	81,45	0,28	0,16	12,85	0,27	0,01	0,32	95,34	γ
11	81,76	0,28	0,16	13,68	0,35	0,01	0,52	96,75	γ
12	83,45	0,43	0,17	11,85	0,30	0,01	0,01	96,22	γ
13	83,12	0,76	0,30	10,91	0,62	0,01	1,23	96,95	γ
14	79,86	1,39	0,38	2,63	1,27	0,01	5,87	91,41	Ni-B-Nb
15	79,20	1,52	0,42	1,31	1,50	0,01	6,68	90,64	Ni-B-Nb
16	85,33	2,30	0,68	5,98	2,02	0,01	0,03	96,35	Ni-B
17	85,02	1,95	0,65	6,99	1,37	0,01	0,06	96,03	Ni-B

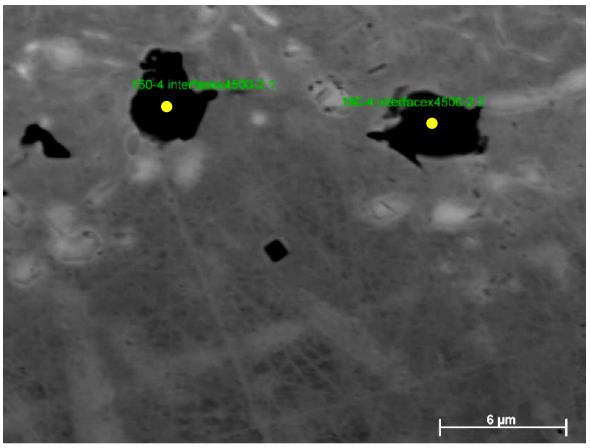
ANNEXE VIII

RELEVÉS DES ANALYSES DE COMPOSITIONS CHIMIQUES DE L'ALLIAGE BNI-1A

Zones d'interface et de diffusion à divers grossissements



a b



c

Figure-A VIII-1 Image FEG des pointés d'analyses chimiques de la zone d'interface et de diffusion d'un joint de BNi-1a brasé 150 minutes

Tableau-A VIII-1 Relevé des compositions chimiques FEG en pourcentages massiques des pointés de la zone d'interface et de diffusion d'un joint de BNi-1a brasé 150 minutes

	Pointé	Ni	Cr	Fe	Si	Mo	Nb	B	Ti	Mg	Total	Phase
a	8	74,10	15,09	5,82	3,36	1,04	0,19	0,00			99,59	γ
	9	71,37	14,61	6,04	3,17	0,74	0,16	0,00			96,09	γ
	10	69,95	14,61	5,84	3,14	0,81	0,12	0,00			94,46	γ
b	1	1,86	1,66	0,06	0,06	3,19	16,10	0,00	39,90	3,87	66,11	Saleté
	2	2,35	1,95	0,09	0,10	0,44	20,88	0,00	47,71		73,51	Saleté
	3	5,72	22,93	0,75	0,08	52,56	7,82	0,00	1,28		91,13	Zone A
	4	6,78	22,93	1,03	0,13	52,72	6,79	0,00	0,18		90,56	Zone A
c	1	4,58	64,22	1,10	0,07	15,41	0,43	0,00			85,82	Zone A
	2	3,92	65,79	1,18	0,22	15,50	0,57	0,00			87,18	Zone A

Zone multiphasée au centre du joint à x900

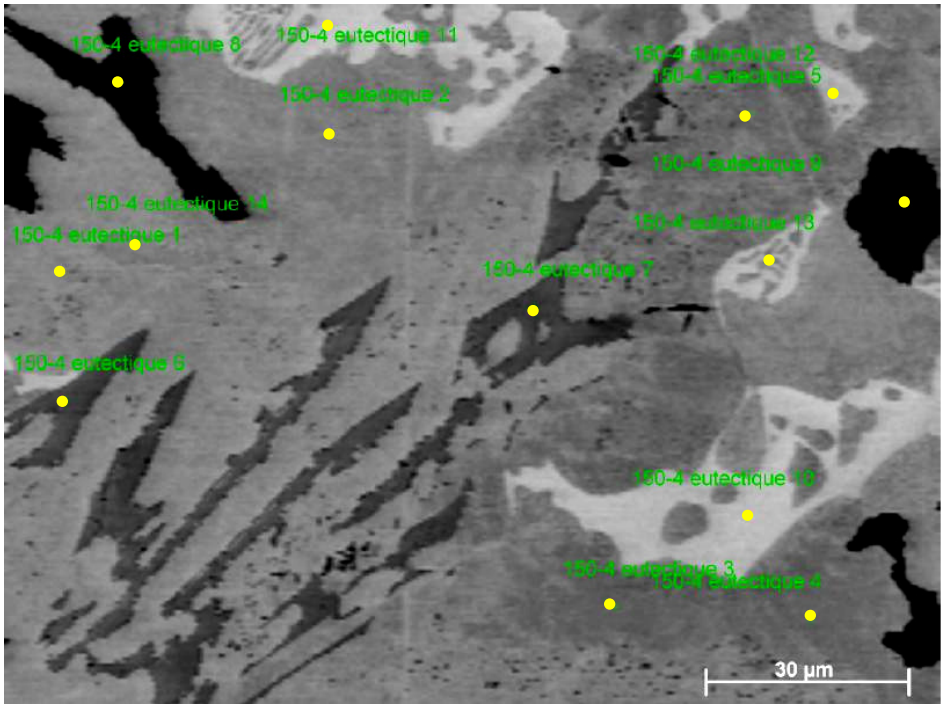


Figure-A VIII-2 Image FEG des pointés d'analyses chimiques de la zone multiphasée d'un joint de BNi-1a brasé 150 minutes

Tableau-A VIII-2 Relevé des compositions chimiques FEG et EPMA en pourcentages massiques des pointés de la zone multiphasée d'un joint de BNi-1a brasé 150 minutes

Pointé	Ni	Cr	Fe	Si	Mo	Nb	B	Total	Phase	Microscope
1	77,78	10,58	4,70	4,28	0,61	0,49	0,00	98,44	γ	FEG
1	80,44	10,42	4,67	4,38	0,47	0,53	0,00	100,91	γ	EPMA
2	78,86	9,15	4,43	4,67	0,53	0,60	0,00	98,24	γ	FEG
2	79,20	8,55	4,46	5,01	0,45	0,79	0,00	98,47	γ	EPMA
3	76,57	9,90	4,49	4,24	0,53	0,47	0,00	96,21	γ	FEG
4	75,44	11,00	4,60	4,06	0,63	0,42	0,00	96,14	γ	FEG
5	76,75	10,54	4,63	4,28	0,60	0,54	0,00	97,34	γ	FEG
6	11,85	52,61	1,71	0,21	18,01	1,02	0,00	85,47	Précipité	FEG
6	12,50	55,23	1,87	0,13	20,58	0,81	11,32	102,44	Précipité	EPMA
7	11,94	51,89	1,92	0,04	18,81	1,17	0,00	85,77	Précipité	FEG
7	11,57	55,02	1,93	0,03	21,12	1,19	10,35	101,20	Précipité	EPMA
8	6,58	59,99	0,65	0,56	10,91	1,03	0,01	79,73	Précipité	FEG
8	1,97	67,33	0,36	0,05	13,45	0,89	16,38	100,42	Précipité	EPMA
9	1,45	65,77	0,41	0,00	10,85	0,58	0,00	79,06	Précipité	FEG
9	1,95	68,47	0,60	0,06	12,04	0,52	15,96	99,59	Précipité	EPMA
10	77,77	3,32	1,80	0,49	0,22	8,30	0,00	91,90	Ni-B-Nb	FEG
10	81,79	3,22	1,72	0,43	0,24	8,94	3,10	99,44	Ni-B-Nb	EPMA
11	77,33	3,49	1,80	0,45	0,23	8,30	0,00	91,60	Ni-B-Nb	FEG
11	81,25	3,54	1,81	0,41	0,37	8,99	3,14	99,50	Ni-B-Nb	EPMA
12	80,70	6,23	3,87	5,36	0,39	0,44	0,00	97,00	Ni-B-Nb	FEG
13	76,48	3,53	1,93	0,51	0,41	8,92	0,00	91,76	Ni-B-Nb	FEG
14	81,43	6,69	3,80	5,48	0,42	0,42	0,00	98,23	γ	FEG

Zone eutectique au centre du joint à x3000

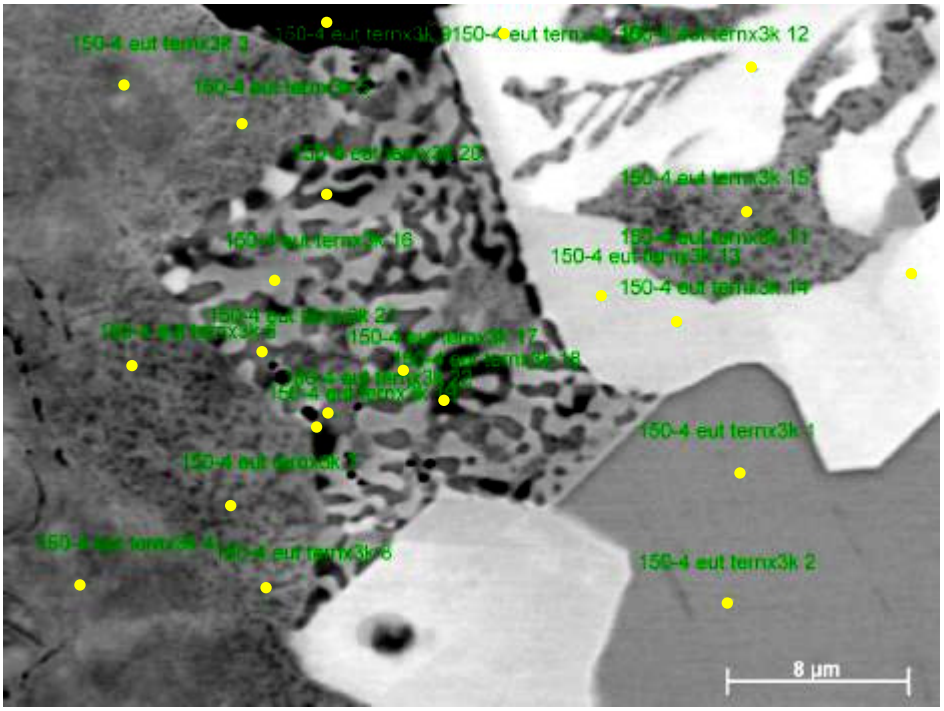


Figure-A VIII-3 Image FEG des pointés d'analyses chimiques de la zone eutectique d'un joint de BNi-1a brasé 150 minutes

Tableau-A VIII-3 Relevé des compositions chimiques FEG en pourcentages massiques des pointés de la zone eutectique d'un joint de BNi-1a brasé 150 minutes

Pointé	Ni	Cr	Fe	Si	Mo	Nb	B	Total	Phase
1	78,67	0,55	0,43	14,35	0,18	0,20	0,01	94,38	Ni-Si
2	78,23	0,59	0,42	14,21	0,00	0,00	0,01	93,45	Ni-Si
3	76,12	7,53	4,35	4,62	0,43	0,46	0,00	93,50	γ
4	75,17	8,24	4,62	4,60	0,65	0,58	0,00	93,65	γ
5	77,46	6,45	4,03	4,88	0,28	0,16	0,00	93,26	γ
6	78,81	4,62	3,39	6,70	0,24	0,04	0,00	93,81	γ
7	78,73	5,28	3,76	5,93	0,32	0,27	0,00	94,29	γ
8	78,67	5,56	3,96	5,20	0,27	0,08	0,00	94,73	γ
9	2,60	61,67	0,54	0,04	11,42	0,36	0,01	76,64	Précipité
10	76,61	4,13	1,84	0,34	0,58	7,58	0,00	88,09	Ni-B-Nb
11	74,89	3,57	2,15	0,65	0,65	7,00	0,00	88,91	Ni-B-Nb
12	74,45	3,76	2,00	0,39	0,63	7,00	0,00	88,23	Ni-B-Nb
13	77,00	3,96	2,56	0,60	0,40	3,41	0,00	87,93	Ni-B-Nb
14	76,84	4,11	2,69	0,67	0,47	3,33	0,00	88,10	Ni-B-Nb
15	78,78	5,24	3,73	5,76	0,26	0,03	0,00	93,80	γ
16	80,55	3,58	2,03	1,15	0,25	0,00	0,00	87,56	γ
17	78,42	5,43	3,82	5,28	0,46	0,00	0,00	93,40	γ
18	80,37	1,19	1,14	11,39	0,13	0,01	0,00	94,23	Ni-Si
19	79,89	1,11	1,30	11,81	0,14	0,00	0,00	94,26	Ni-Si
20	79,91	1,91	1,52	10,57	0,16	0,00	0,00	94,07	Ni-Si
21	78,83	1,24	0,75	12,47	0,17	0,00	0,01	93,47	Ni-Si
22	78,25	0,66	0,55	13,94	0,00	0,00	0,01	93,41	Ni-Si

ANNEXE IX

RELEVÉS DES ANALYSES DE COMPOSITIONS CHIMIQUES DE L'ALLIAGE BNI-2

Zones d'interface et de diffusion à x1200

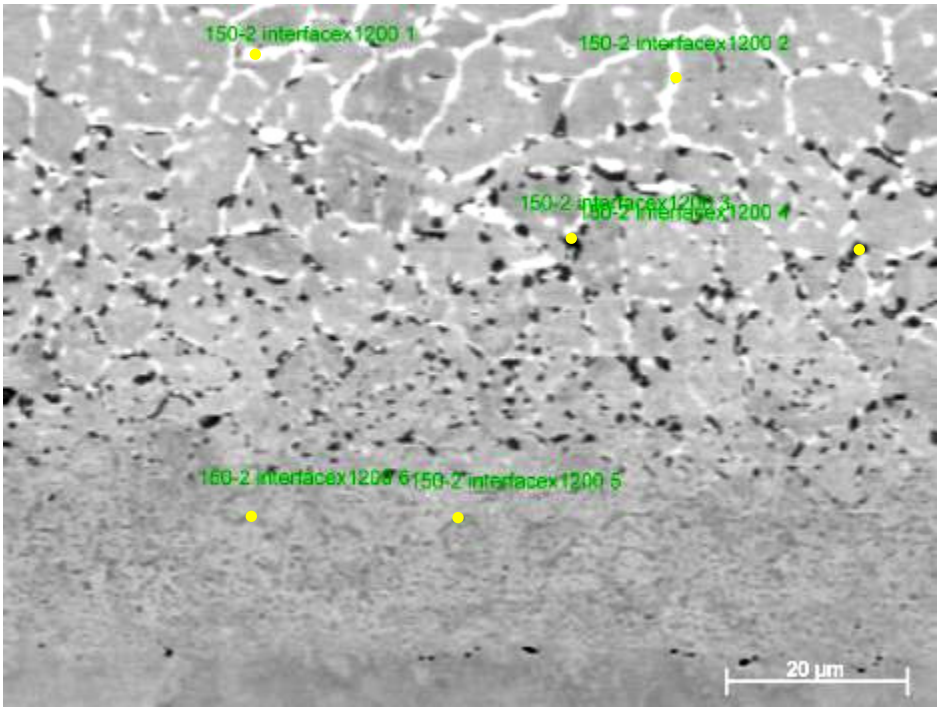


Figure-A IX-1 Image FEG des pointés d'analyses chimiques de la zone d'interface et de diffusion d'un joint de BNi-2 brasé 150 minutes

Tableau-A IX-1 Relevé des compositions chimiques FEG et EPMA en pourcentages massiques des pointés de la zone d'interface et de diffusion d'un joint de BNi-2 brasé 150 minutes

Pointé	Ni	Cr	Fe	Nb	Mo	B	Si	Total	Phase	Rq
1	13,31	22,01	1,51	7,43	41,71	0,00	0,20	86,16	Zone A	
2	26,46	20,95	2,36	6,76	30,99	0,00	0,06	87,56	Zone A	
3	3,63	18,54	0,38	17,39	8,97	0,00	0,10	76,95	Zone B	saleté (Ti)
4	4,08	63,29	0,96	1,28	14,96	0,00	0,04	84,61	Zone B	
5	48,07	23,41	3,68	2,58	13,06	0,00	0,84	91,65	Zone B'	
6	68,65	13,54	4,66	2,26	3,19	0,00	1,23	93,54	Zone B'	
6 bis	38,75	30,81	2,87	5,53	12,37	2,58	0,05	92,95	Zone B	EPMA
7	49,72	23,87	4,17	2,48	11,63	5,00	0,94	97,81	Zone B'	EPMA
8	31,07	22,70	2,61	6,10	36,17	5,57	0,03	104,24	Zone A	EPMA-LS

Zone multiphasée au centre du joint à x2500

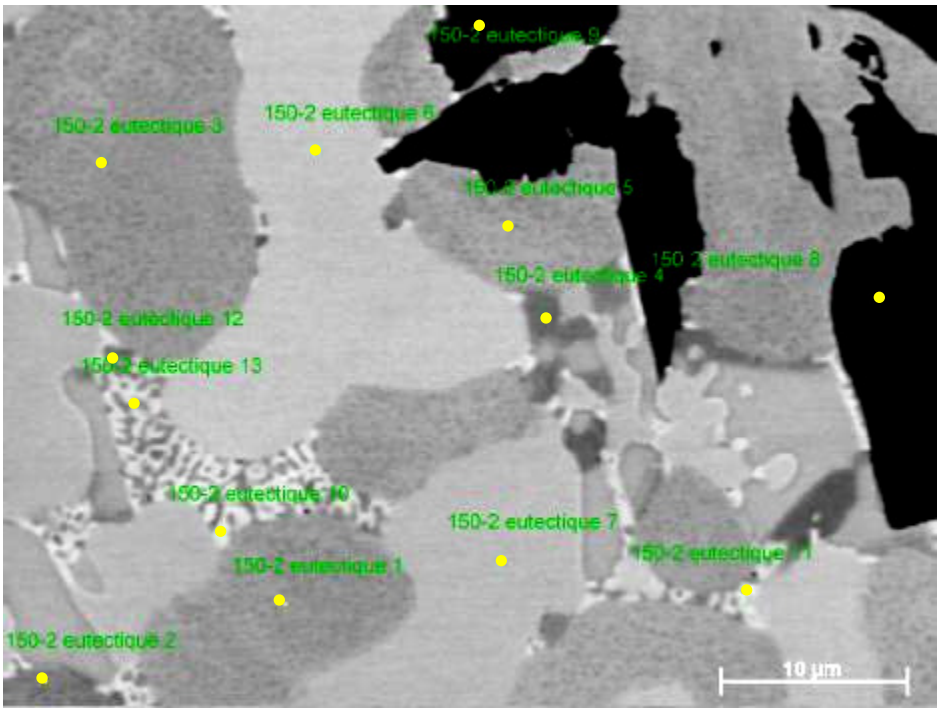


Figure-A IX-2 Image FEG des pointés d'analyses chimiques de la zone multiphasée d'un joint de BNi-2 brasé 150 minutes

Tableau-A IX-2 Relevé des compositions chimiques FEG et EPMA en pourcentages massiques des pointés de la zone multiphasée d'un joint de BNi-2 brasé 150 minutes

Pointé	Ni	Cr	Fe	Nb	Mo	B	Si	Total	Phase	Microscope
1	79,62	5,43	3,00	0,00	0,18	0,00	5,74	93,97	γ	FEG
1	85,95	5,54	3,18	0,14	0,10	0,00	6,15	101,05	γ	EPMA
2	79,21	5,57	3,24	0,05	0,11	0,00	4,91	93,09	γ	FEG
2	84,80	6,35	3,24	0,14	0,00	0,00	5,86	100,40	γ	EPMA
3	78,47	5,30	2,79	0,01	0,17	0,00	6,26	92,99	γ	FEG
4	79,77	1,11	0,58	0,00	0,05	0,01	11,86	93,37	γ	FEG
4	86,35	1,46	0,82	0,17	0,01	0,00	11,91	100,72	γ	EPMA
4 bis	86,64	2,45	1,24	0,35	0,09	1,24	7,46	99,47		EPMA
5	79,03	6,09	2,95	0,00	0,16	0,00	5,46	93,69	γ	FEG
6	81,34	4,18	1,54	0,00	0,10	0,01	0,02	87,19	Ni-B	FEG
6	88,75	4,36	1,63	0,07	0,00	4,57	0,05	99,43	Ni-B	EPMA
7	81,24	3,83	1,43	0,00	0,10	0,01	0,04	86,65	Ni-B	FEG
7	88,95	3,84	1,53	0,05	0,04	4,42	0,03	98,86	Ni-B	EPMA
7 bis	85,18	1,14	0,42	0,02	0,00	0,00	14,95	101,71		EPMA
7 ter	85,33	0,64	0,57	0,03	0,00	0,00	14,85	101,42		EPMA
8	2,99	67,06	0,56	0,35	4,33	0,00	0,58	75,87	Précipité	FEG
8	3,53	71,85	0,66	0,26	5,12	16,78	0,10	98,29	Précipité	EPMA
9	3,05	66,92	0,80	0,26	4,58	0,00	0,57	76,16	Précipité	FEG
9	3,42	69,32	0,80	0,48	4,38	17,45	0,37	96,22	Précipité	EPMA
10	76,42	3,90	1,84	4,74	0,19	0,00	0,99	88,07	Ni-Nb-B	FEG
11	76,09	3,78	1,74	4,85	0,06	0,00	1,25	87,77	Ni-Nb-B	FEG
12	76,34	3,50	1,19	0,97	2,04	0,00	9,41	93,45	γ	FEG
13	78,94	2,08	1,29	1,78	0,12	0,00	8,38	92,58	γ	FEG

ANNEXE X

RELEVÉS DES ANALYSES DE COMPOSITIONS CHIMIQUES DE L'ALLIAGE PALNICRO 36M

Zones d'interface et de diffusion à x7000

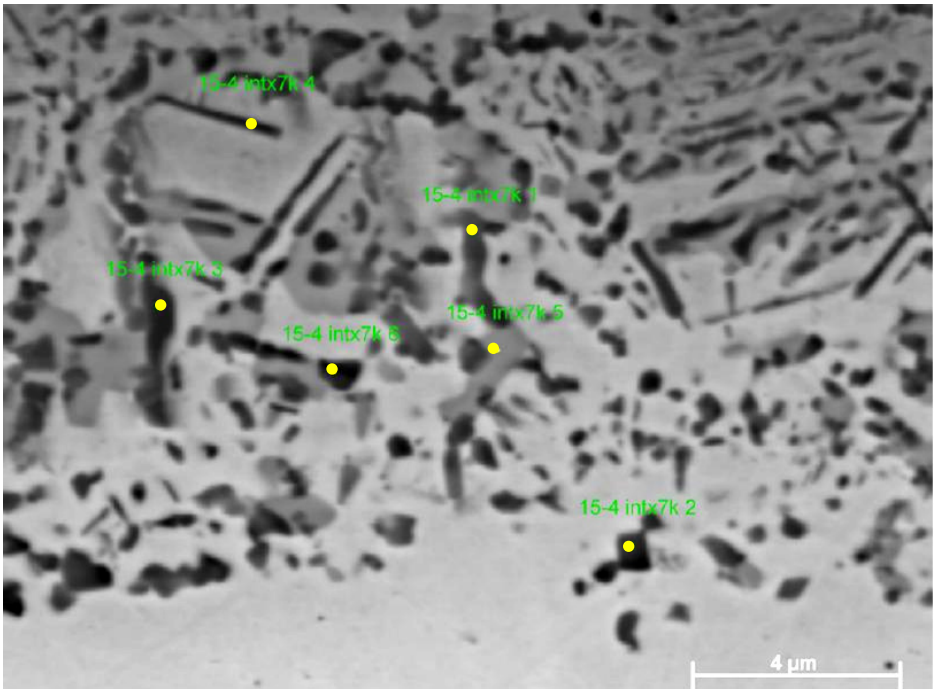


Figure-A X-1 Image FEG des pointés d'analyses chimiques de la zone d'interface et de diffusion d'un joint de Palnicro 36M brasé 15 minutes

Tableau-A X-1 Relevé des compositions chimiques FEG en pourcentages massiques des pointés de la zone d'interface et de diffusion d'un joint de Palnicro 36M brasé 15 minutes

Pointé	Ni	Cr	Mo	Pd	Fe	Nb	Si	B	Total	Phase
1	24,81	31,16	17,85	6,47	1,63	0,41	0,12	0,00	82,44	Zone B
2	19,64	37,62	16,20	7,08	0,60	0,00	0,09	0,01	81,22	Zone B
3	26,16	33,02	16,10	1,36	0,92	2,17	0,01	0,01	79,74	Zone B
5	68,31	6,77	2,48	2,30	0,79	6,19	0,00	0,01	86,85	
6	23,12	33,93	17,62	2,63	0,84	0,94	0,04	0,01	79,13	Zone B

Zone multiphasée au centre du joint à x1500

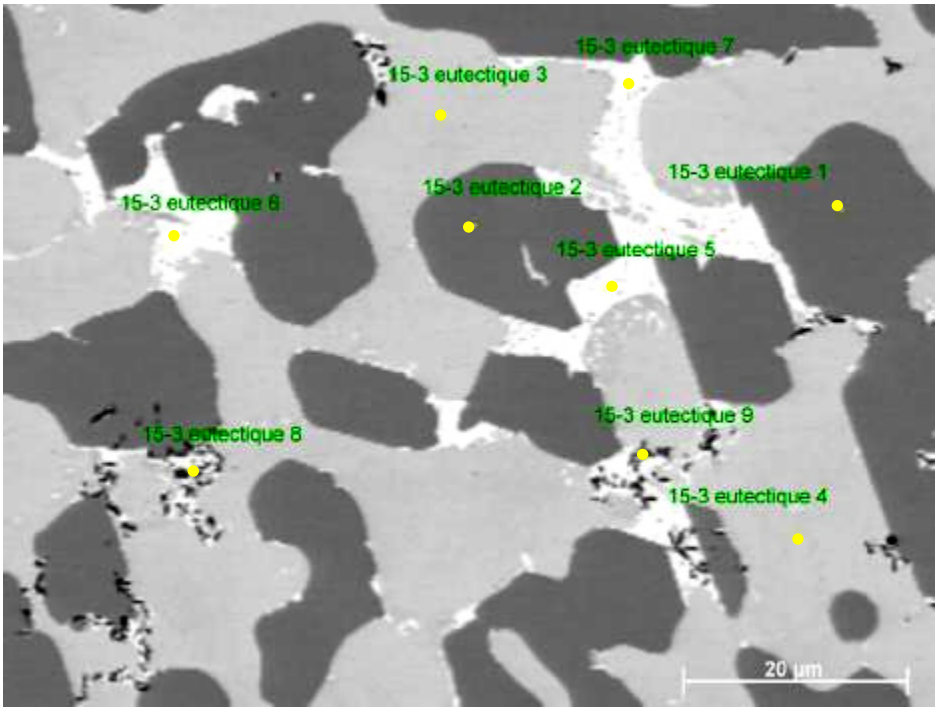


Figure-A X-2 Image FEG des pointés d'analyses chimiques de la zone multiphasée d'un joint de Palnicro 36M brasé 15 minutes

Tableau-A X-2 Relevé des compositions chimiques FEG et EPMA en pourcentages massiques des pointés de la zone multiphasée d'un joint de Palnicro 36M brasé 15 minutes

Pointé	Ni	Cr	Mo	Pd	Fe	Nb	Si	B	Total	Phase	Microscope
1	77,15	3,72	0,00	7,43	0,06	0,00	0,00	0,00	88,37	Ni-B	FEG
1	81,75	3,91	0,00	8,28	0,00	0,02	0,01	4,02	97,99	Ni-B	EPMA
2	77,49	3,59	0,00	7,63	0,00	0,00	0,00	0,00	88,71	Ni-B	FEG
2	81,59	3,62	0,04	8,52	0,10	0,00	0,01	3,62	97,50	Ni-B	EPMA
3	36,79	11,13	0,39	47,39	0,27	0,51	0,66	0,00	97,15	γ	FEG
3	39,09	11,12	0,14	50,06	0,27	0,28	0,65	0,00	101,61	γ	EPMA
4	37,59	11,30	0,16	45,52	0,25	0,11	0,40	0,00	95,32	γ	FEG
4	39,80	11,20	0,10	49,24	0,21	0,25	0,55	0,00	101,35	γ	EPMA
5	9,71	1,07	0,32	78,85	0,05	0,20	7,26	0,00	97,46	Pd-Si-Ni	FEG
5	10,24	1,01	0,03	84,39	0,03	0,03	7,32	0,00	103,04	Pd-Si-Ni	EPMA
6	5,58	0,56	0,14	83,25	0,06	0,05	7,13	0,00	96,77	Pd-Si-Ni	FEG
7	3,43	0,13	0,29	87,62	0,00	0,22	7,62	0,00	99,32	Pd-Si-Ni	FEG
8	3,59	17,94	0,78	63,15	0,04	0,15	5,65	0,00	91,31	Précipité	FEG
9	35,03	10,69	0,13	48,68	0,35	0,16	0,73	0,00	95,78	Précipité	FEG

Zone eutectique au centre du joint à x3500

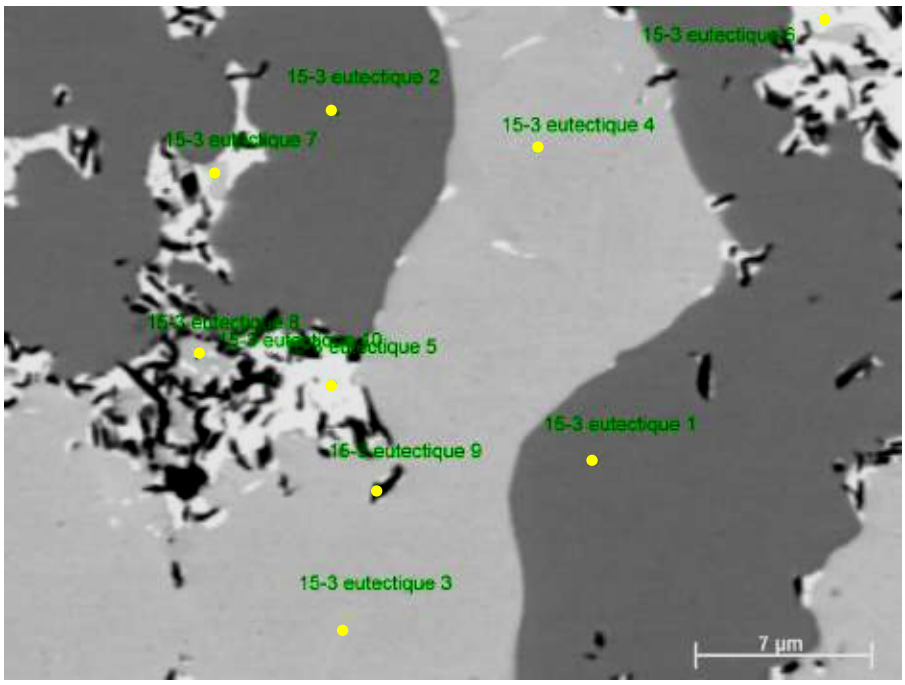


Figure-A X-3 Image FEG des pointés d'analyses chimiques de la zone eutectique d'un joint de Palnicro 36M brasé 15 minutes

Tableau-A X-3 Relevé des compositions chimiques FEG en pourcentages massiques des pointés de la zone eutectique d'un joint de Palnicro 36M brasé 15 minutes

Pointé	Ni	Cr	Mo	Pd	Fe	Nb	Si	B	Total	Phase
1	76,88	3,59	0,00	7,69	0,08	0,00	0,00	0,00	88,24	Ni-B
2	77,29	3,98	0,00	7,66	0,05	0,00	0,00	0,00	88,98	Ni-B
3	36,35	11,00	0,45	47,45	0,36	0,43	0,73	0,00	96,77	γ
4	37,20	10,74	0,40	47,21	0,35	0,40	0,85	0,00	97,15	γ
5	3,45	0,13	0,34	87,66	0,01	0,20	7,65	0,00	99,43	Pd-Si-Ni
6	4,06	0,56	0,37	86,39	0,00	0,22	7,53	0,00	99,12	Pd-Si-Ni
7	30,99	9,48	0,32	58,10	0,25	0,35	1,99	0,00	101,47	γ
8	32,57	10,12	0,09	51,83	0,22	0,10	1,56	0,00	96,49	γ
9	7,86	23,28	0,52	47,36	0,13	0,04	3,27	0,00	82,45	Précipité
10	2,82	25,18	0,94	61,06	0,05	0,00	4,89	0,00	94,95	Précipité

ANNEXE XI

RELEVÉS DES ANALYSES DE COMPOSITIONS CHIMIQUES DE L'ALLIAGE BAU-4

Zones d'interface et de diffusion

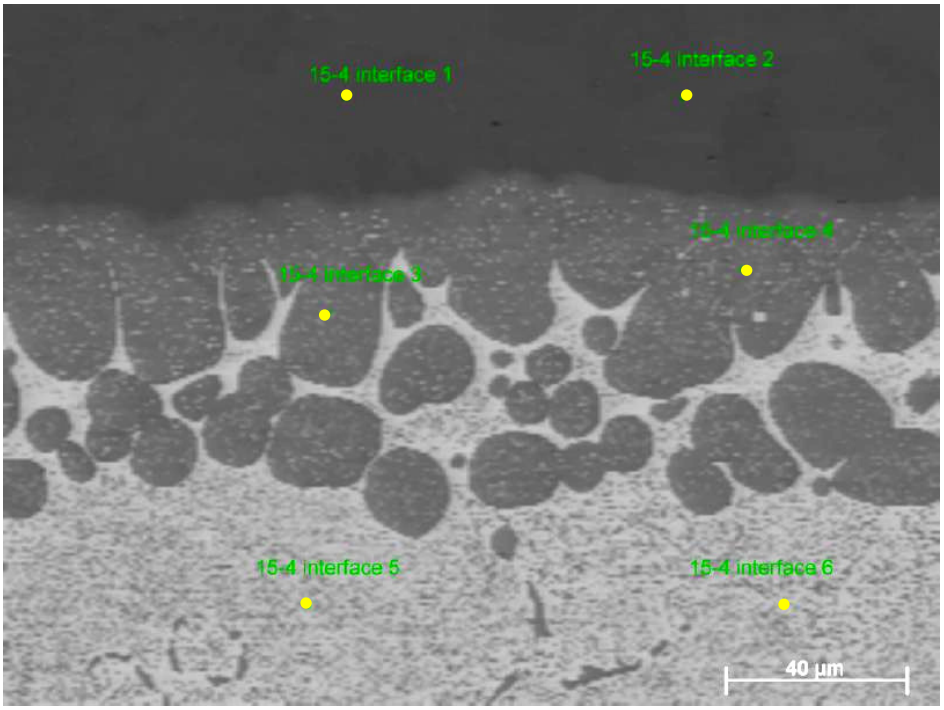


Figure-A XI-1 Image FEG des pointés d'analyses chimiques de la zone d'interface et de diffusion d'un joint de BAu-4 brasé 15 minutes

Tableau-A XI-1 Relevé des compositions chimiques FEG en pourcentages massiques des pointés de la zone d'interface et de diffusion d'un joint de BAu-4 brasé 15 minutes

Pointé	Ni	Au	Cr	Fe	Mo	Nb	Total	Phase
1	58,00	24,25	4,63	1,24	6,49	1,73	96,34	Bb
2	58,82	24,30	4,13	1,14	6,86	1,31	96,55	Bb
3	8,75	89,62	2,70	0,22	0,73	0,00	102,01	Aa
4	11,72	91,22	3,03	0,39	0,85	0,00	107,21	Aa

Zone centrale à x2000

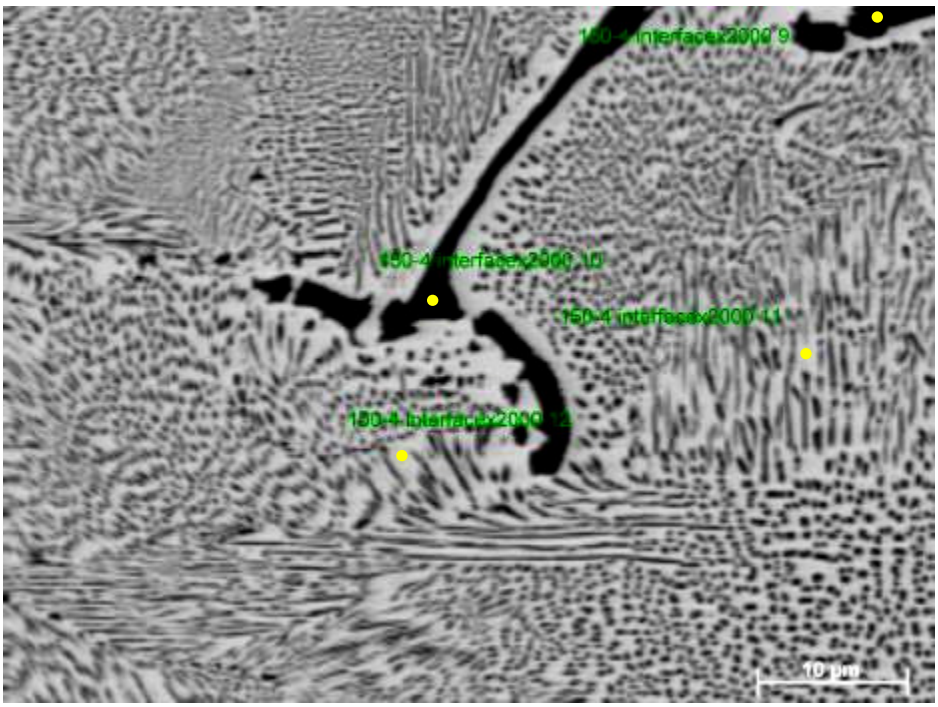


Figure-A XI-2 Image FEG des pointés d'analyses chimiques de la zone centrale d'un joint de BAu-4 brasé 15 minutes

Tableau-A XI-2 Relevé des compositions chimiques FEG en pourcentages massiques des pointés de la zone centrale d'un joint de BAu-4 brasé 15 minutes

Pointé	Ni	Au	Cr	Fe	Mo	Nb	Total	Phase
9	62,72	20,72	3,95	1,36	3,09	1,84	93,68	Ab
10	63,40	19,19	4,00	1,35	2,54	2,11	92,59	Ab

ANNEXE XII

RELEVÉS DES ANALYSES DE COMPOSITIONS CHIMIQUES DE L'ALLIAGE BAU-6

Zones d'interface et de diffusion à x7000

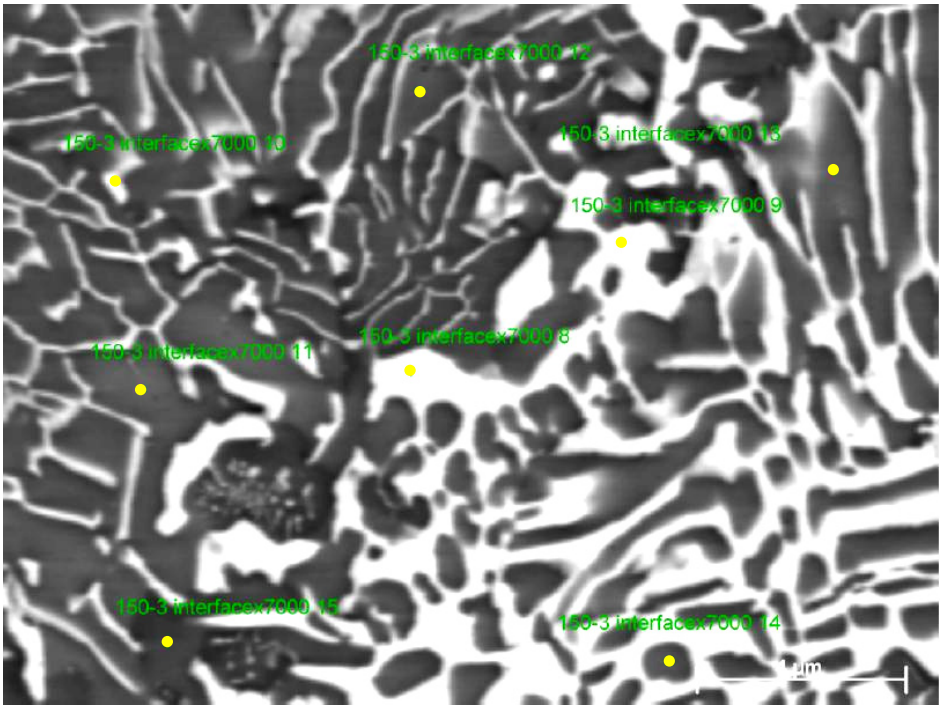


Figure-A XII-1 Image FEG des pointés d'analyses chimiques de la zone d'interface et de diffusion d'un joint de BAu-6 brasé 150 minutes

Tableau-A XII-1 Relevé des compositions chimiques FEG en pourcentages massiques des pointés de la zone d'interface et de diffusion d'un joint de BAu-6 brasé 150 minutes

Pointé	Ni	Au	Cr	Fe	Pd	Mo	Nb	Total	Phase
8	9,10	75,68	3,50	1,07	9,35	0,65	0,00	99,35	$(Au,Ni)_b$
9	9,16	75,08	3,45	0,91	9,50	0,88	0,00	98,98	$(Au,Ni)_b$
10	15,32	60,52	3,94	1,30	8,89	2,05	0,00	92,01	$(Au,Ni)_b$
11	50,33	24,49	4,51	3,42	5,85	4,75	0,60	93,95	$(Ni,Au)_b$
12	53,05	22,14	4,97	3,45	5,78	5,15	0,75	94,99	$(Ni,Au)_b$
13	50,72	25,37	4,44	3,57	5,93	3,52	0,89	94,43	$(Ni,Au)_b$
14	52,25	25,91	4,23	3,89	5,08	2,29	0,82	94,46	$(Ni,Au)_b$
15	55,68	19,77	4,47	3,70	4,84	4,33	0,87	93,66	$(Ni,Au)_b$

Zone centrale à x3000

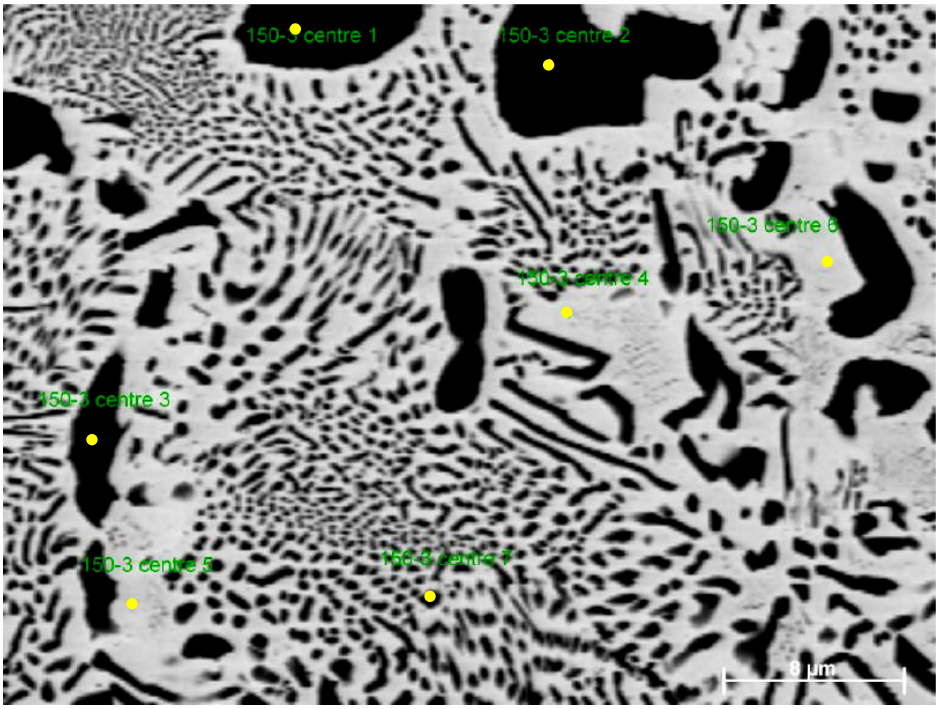


Figure-A XII-2 Image FEG des pointés d'analyses chimiques de la zone centrale d'un joint de BAu-6 brasé 150 minutes

Tableau-A XII-2 Relevé des compositions chimiques FEG en pourcentages massiques des pointés de la zone centrale d'un joint de BAu-6 brasé 150 minutes

Pointé	Ni	Au	Cr	Fe	Pd	Mo	Nb	Total	Phase
1	59,94	19,51	3,94	3,21	2,80	2,59	0,30	92,29	$(Ni\text{-}Au)_a$
2	59,45	18,68	3,92	3,07	2,78	2,46	0,70	91,05	$(Ni\text{-}Au)_a$
3	60,21	18,73	4,33	3,32	2,69	2,24	0,55	92,06	$(Ni\text{-}Au)_a$
4	10,29	78,72	2,58	0,90	4,91	0,78	0,00	98,19	$(Au\text{-}Ni)_a$
5	9,67	79,01	2,68	1,00	5,47	0,74	0,00	98,57	$(Au\text{-}Ni)_a$
6	9,56	78,95	2,44	0,86	4,76	0,70	0,00	97,27	$(Au\text{-}Ni)_a$
7	49,86	36,57	4,05	3,56	3,22	0,99	0,49	98,73	$(Au\text{-}Ni)_a$

ANNEXE XIII

RELEVÉS DES ANALYSES DE COMPOSITIONS CHIMIQUES DE L'ALLIAGE BCU-1

Zones d'interface et de diffusion à x2000

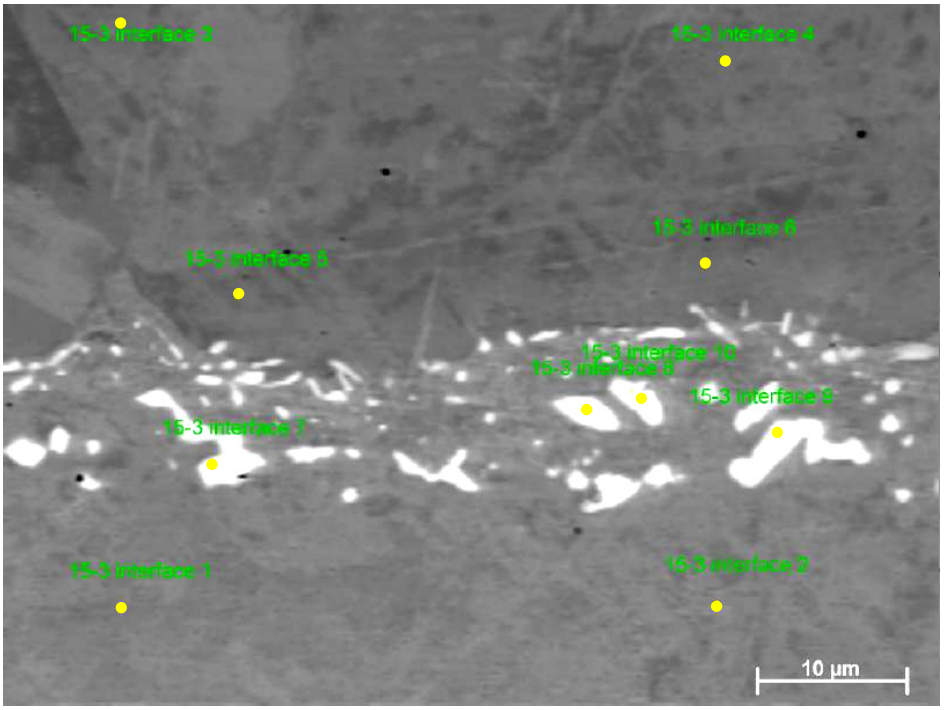


Figure-A XIII-1 Image FEG des pointés d'analyses chimiques de la zone d'interface et de diffusion d'un joint de BCu-1 brasé 15 minutes

Tableau-A XIII-1 Relevé des compositions chimiques FEG en pourcentages massiques des pointés de la zone d'interface et de diffusion d'un joint de BCu-1 brasé 15 minutes

Pointé	Ni	Cu	Cr	Fe	Mo	Nb	Total	Phase
1	10,87	84,54	1,35	0,65	0,00	0,00	97,40	(Cu)
2	10,16	85,50	1,06	0,53	0,00	0,00	97,24	(Cu)
3	59,18	0,91	21,65	3,75	8,62	3,51	97,62	MdB
4	58,59	0,87	21,47	3,84	8,69	3,61	97,07	MdB
5	51,14	7,01	21,24	4,30	9,63	3,83	97,16	MdB
6	51,64	5,43	21,51	4,20	9,88	4,14	96,79	MdB
7	22,05	4,45	20,69	3,46	45,92	4,60	101,18	Précipité
8	17,18	3,65	21,62	3,52	51,38	3,10	100,45	Précipité
9	20,98	3,67	19,62	3,79	46,76	5,87	100,68	Précipité
10	21,72	4,38	20,89	3,76	44,36	5,10	100,22	Précipité

Zone centrale à x2000

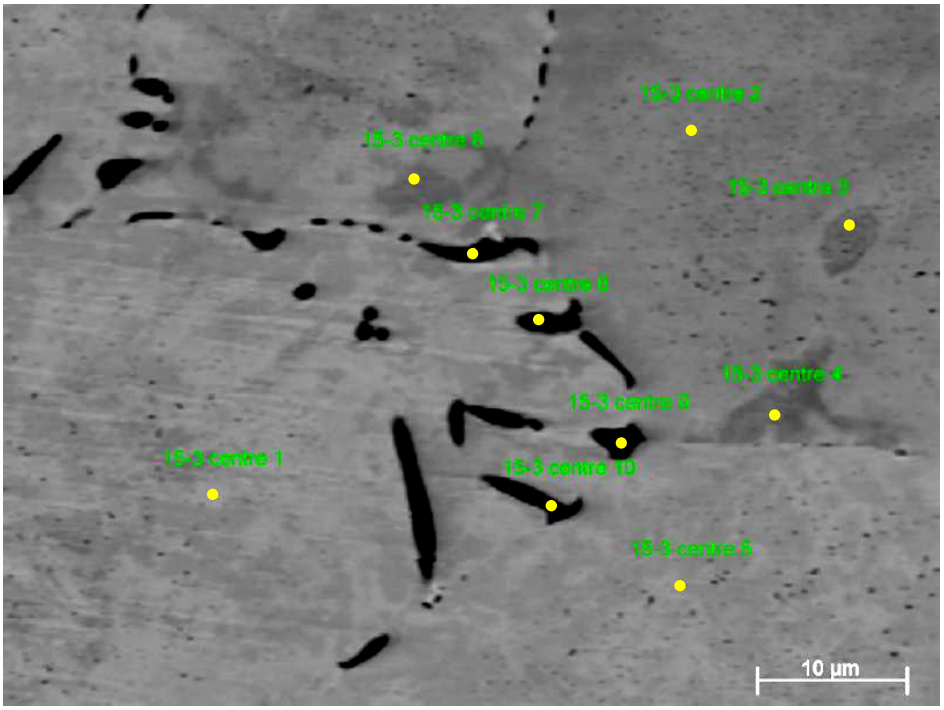


Figure-A XIII-2 Image FEG des pointés d'analyses chimiques de la zone centrale d'un joint de BCu-1 brasé 15 minutes

Tableau-A XIII-2 Relevé des compositions chimiques FEG en pourcentages massiques des pointés de la zone centrale d'un joint de BCu-1 brasé 15 minutes

Pointé	Ni	Cu	Cr	Fe	Mo	Nb	Total	Phase
1	5,12	91,23	0,53	0,18	0,00	0,00	97,07	(Cu)
2	13,17	72,23	7,21	1,38	0,09	0,17	94,26	(Cu)
3	6,02	90,93	0,76	0,17	0,00	0,00	97,89	(Cu)
4	3,43	93,49	0,34	0,10	0,00	0,00	97,36	(Cu)
5	5,44	90,68	0,87	0,25	0,00	0,00	97,23	(Cu)
6	5,46	91,05	0,82	0,17	0,06	0,13	97,69	(Cu)
7	3,27	6,57	81,24	2,14	0,67	0,39	94,29	Précipité
8	3,12	6,14	82,09	1,89	0,61	0,37	94,21	Précipité
9	1,53	3,55	90,56	1,26	0,11	0,33	97,35	Précipité
10	1,90	10,75	77,87	1,42	0,07	0,33	92,34	Précipité

ANNEXE XIV

RELEVÉS DES ANALYSES DE COMPOSITIONS CHIMIQUES DE L'ALLIAGE BAG-13A

Zones d'interface et de diffusion à x1500

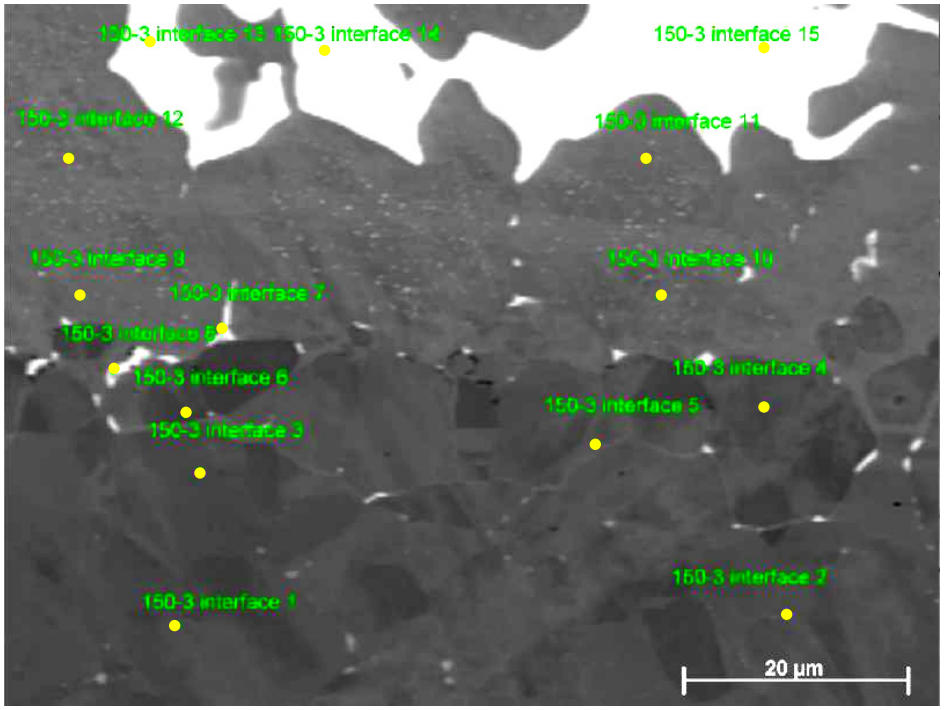


Figure-A XIV-1 Image FEG des pointés d'analyses chimiques de la zone d'interface et de diffusion d'un joint de BAg-13a brasé 150 minutes

Tableau-A XIV-1 Relevé des compositions chimiques FEG en pourcentages massiques des pointés de la zone d'interface et de diffusion d'un joint de BAg-13a brasé 150 minutes

Pointé	Ni	Ag	Cu	Cr	Fe	Mo	Nb	Total	Phase
1	61,72	0,15	1,05	22,71	3,9	9,06	3,9	101,94	MdB
2	62,2	0,06	0,94	22,75	3,93	8,81	3,27	101,95	MdB
3	61,10	0,07	3,72	20,97	3,67	9,30	3,19	102,01	MdB
4	61,04	0,11	6,84	18,71	3,43	8,70	2,79	101,62	MdB
5	39,80	0,60	39,14	13,27	2,31	5,48	2,18	102,78	Precip B
6	58,78	0,13	11,02	17,50	3,34	7,92	2,96	101,63	Precip B
7	1,82	96,12	7,49	0,44	0,12	0,07	0,00	106,05	Precip A
8	7,50	50,59	31,39	3,55	0,62	2,67	1,09	97,41	Precip A
9	8,32	3,99	90,65	0,50	0,12	0,00	0,00	103,58	(Cu)
10	10,95	8,58	81,41	0,81	0,22	0,00	0,00	101,96	(Cu)
11	5,25	6,20	90,33	0,27	0,00	0,00	0,00	102,05	(Cu)
12	4,25	3,54	93,82	0,25	0,14	0,00	0,00	101,99	(Cu)
13	0,20	97,88	6,45	0,10	0,16	0,00	0,00	104,79	(Ag)
14	0,21	97,90	6,83	0,10	0,09	0,04	0,00	105,17	(Ag)
15	0,18	98,88	6,40	0,05	0,39	0,10	0,42	106,42	(Ag)

Zone eutectique à x1500

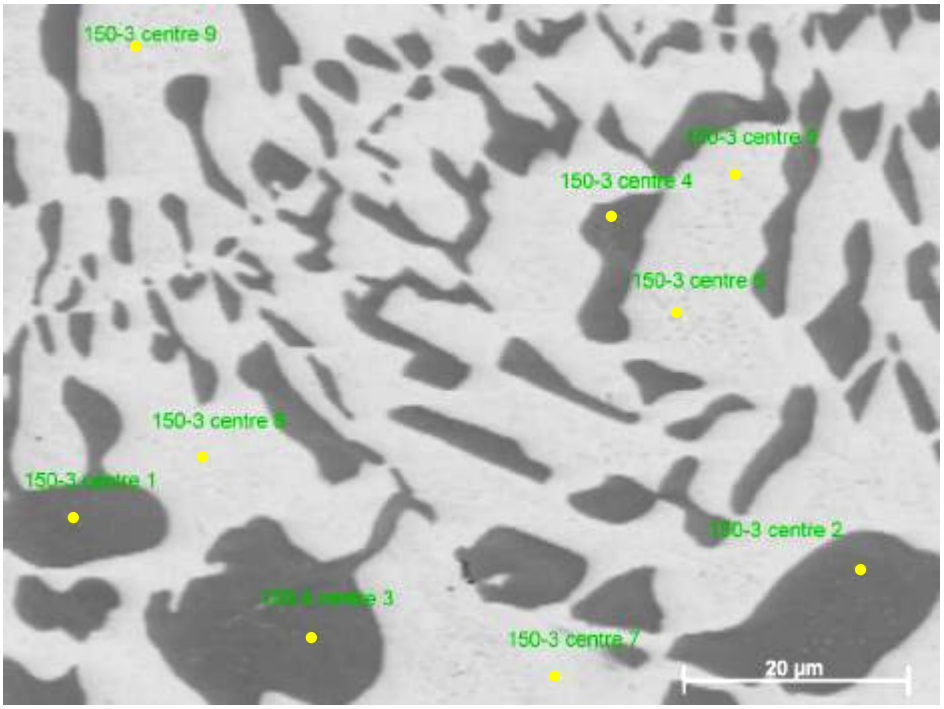


Figure-A XIV-2 Image FEG des pointés d'analyses chimiques de la zone centrale d'un joint de BAg-13a brasé 150 minutes

Tableau-A XIV-2 Relevé des compositions chimiques FEG en pourcentages massiques des pointés de la zone centrale d'un joint de BAg-13a brasé 150 minutes

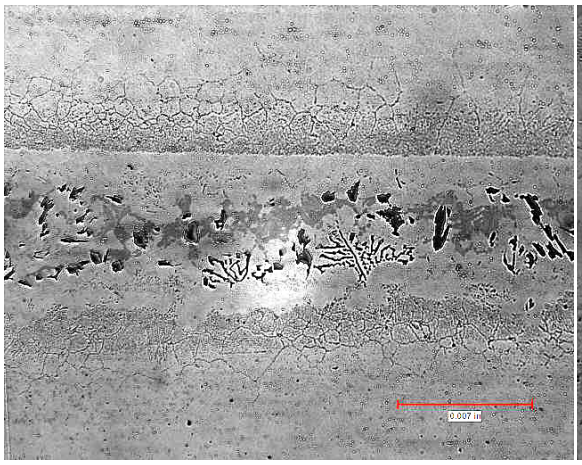
Pointé	Ni	Ag	Cu	Cr	Fe	Mo	Nb	Total	Phase
1	0,93	6,20	95,18	0,12	0,00	0,00	0,00	102,43	(Cu)
2	2,59	18,67	73,49	0,17	0,08	0,00	0,00	95,00	(Cu)
3	2,81	6,36	92,96	0,14	0,04	0,00	0,00	102,31	(Cu)
4	0,37	7,13	92,35	0,12	0,00	0,00	0,00	99,97	(Cu)
5	0,00	97,99	5,45	0,07	0,12	0,00	0,00	103,64	(Ag)
6	0,08	99,59	4,68	0,07	0,26	0,24	0,39	105,31	(Ag)
7	0,09	98,71	6,67	0,08	0,20	0,00	0,00	105,75	(Ag)
8	0,05	100,54	5,14	0,09	0,16	0,00	0,00	105,98	(Ag)
9	0,31	101,14	6,50	0,07	0,18	0,41	0,00	108,60	(Ag)

ANNEXE XV

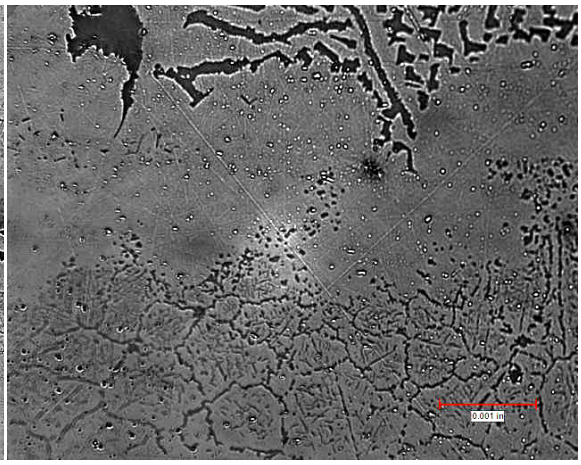
MICROGRAPHIES OPTIQUES DES DIFFÉRENTS ALLIAGES DE BRASAGE

- BNi-1a (AMS4776)

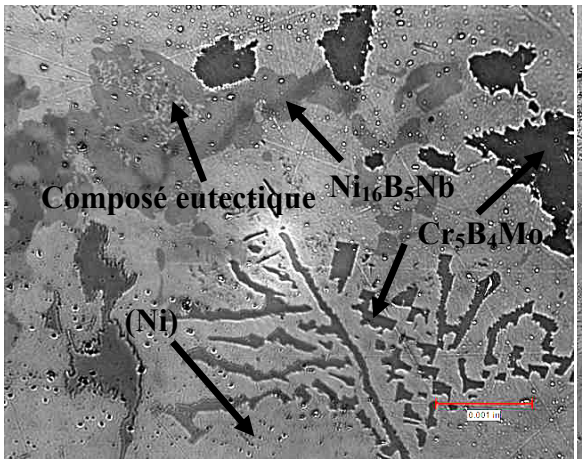
Micrographies de joints brasés 15 min



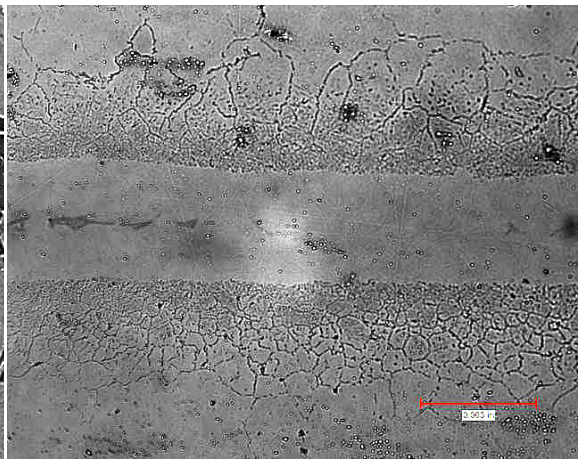
Grand écartement x100



Interface x500



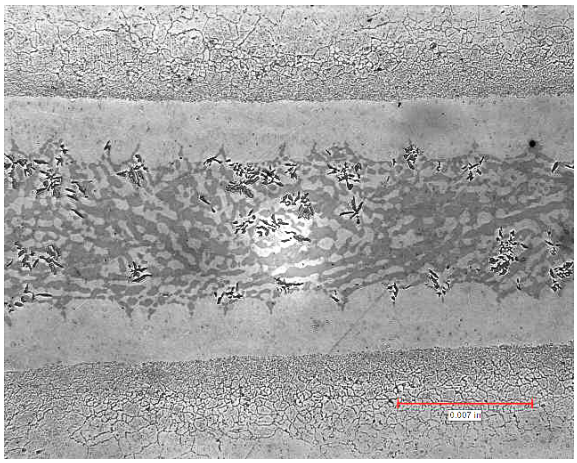
Centre x500



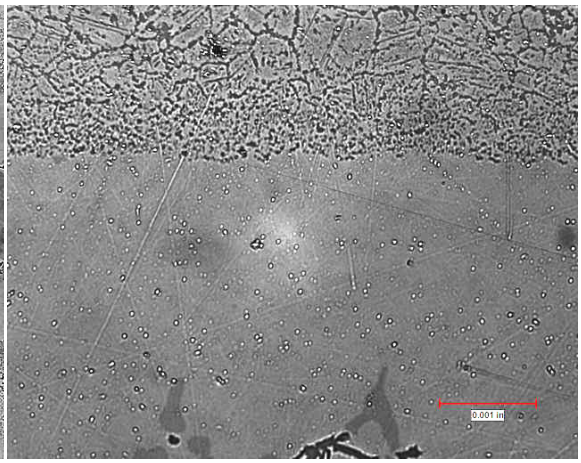
MBC x200

- BNi-2 (AMS4777)

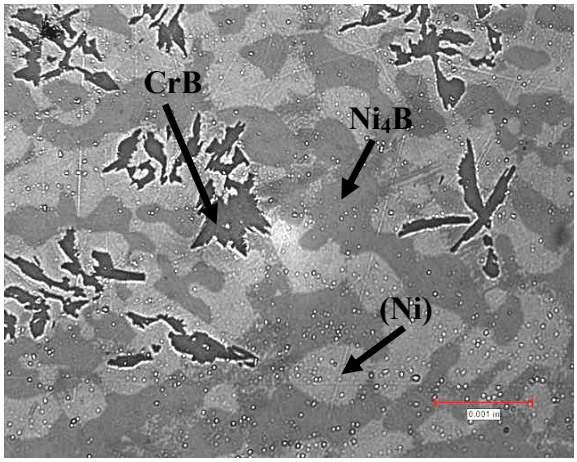
Micrographies de joints brasés 150 min



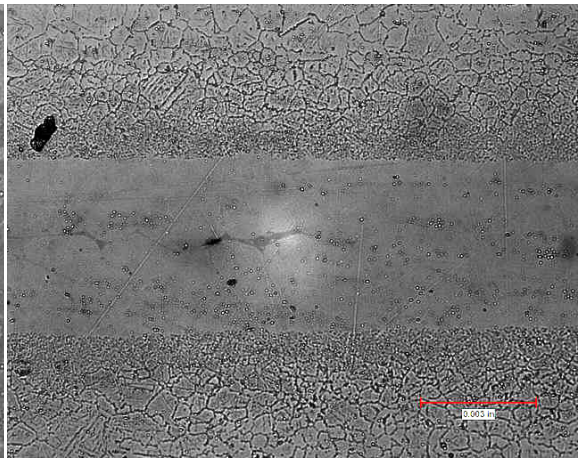
Grand écartement x100



Interface x500



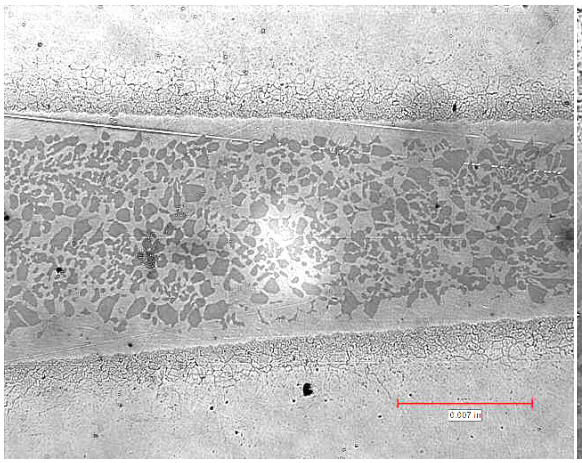
Centre x500



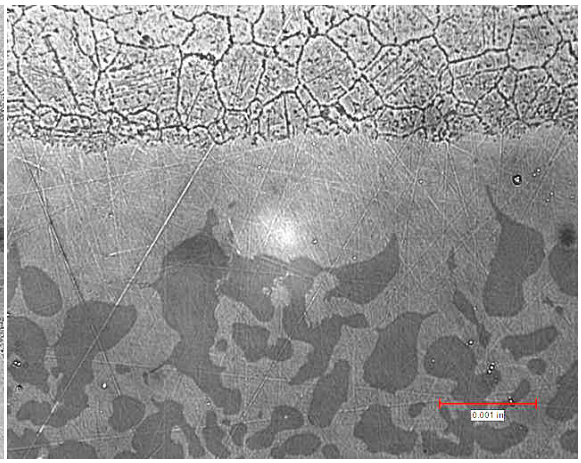
MBC x200

- BNi-3 (AMS4778)

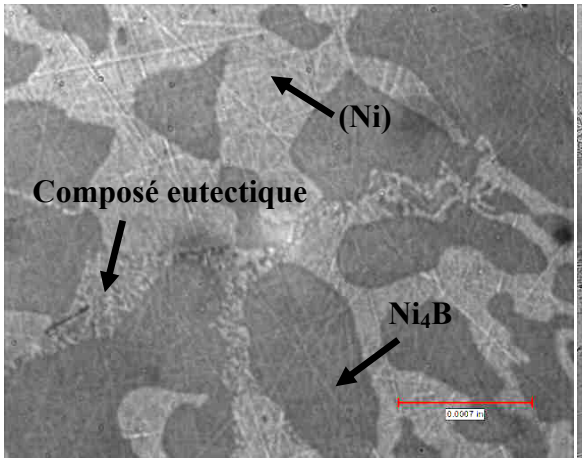
Micrographies de joints brasés 150 min



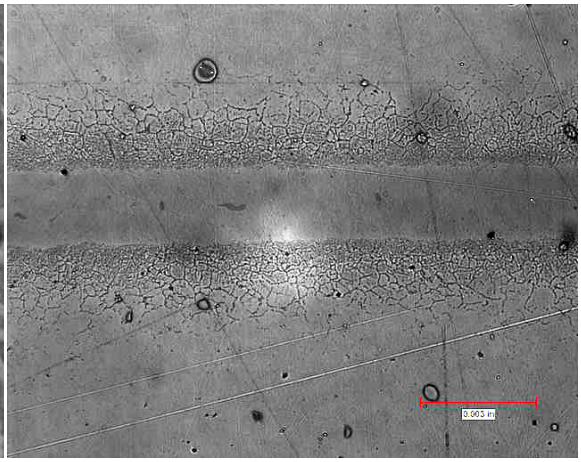
Grand écartement x100



Interface x500



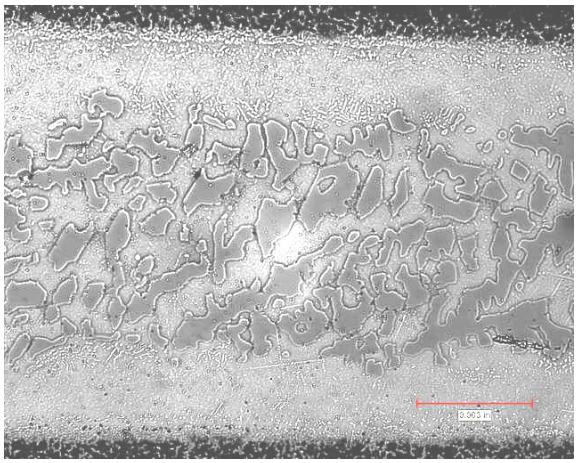
Centre x1000



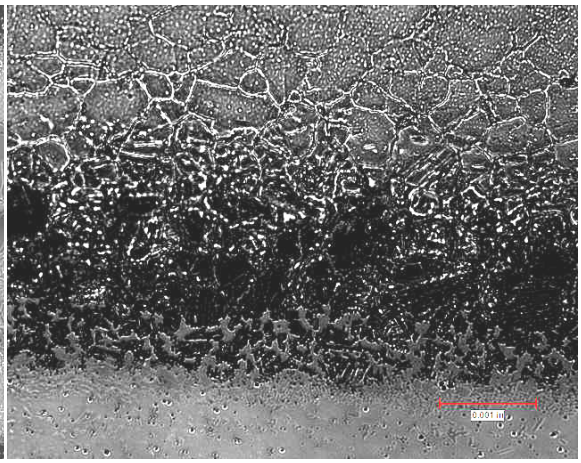
MBC x200

- Palnicro 36M (CPW475)

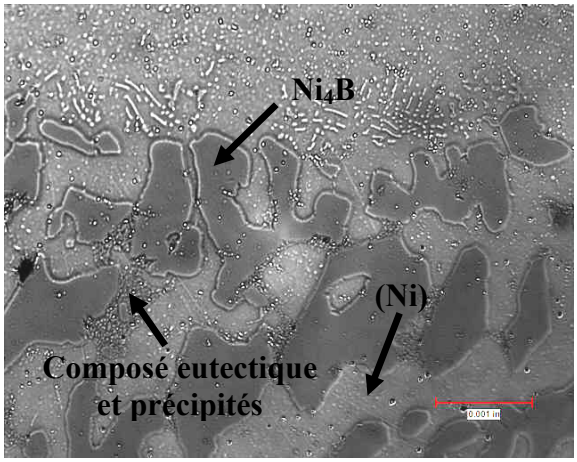
Micrographies de joints brasés 150 min



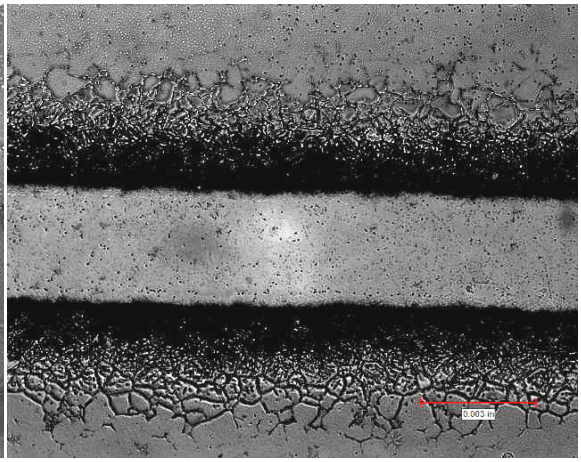
Grand écartement x200



Interface x500



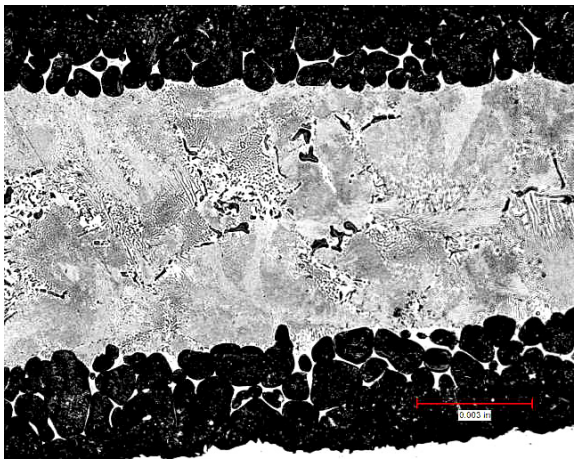
Centre x500



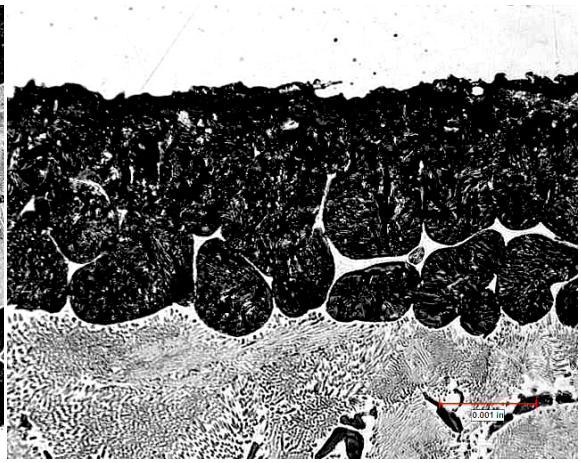
Moyen écartement x200

- BAu-4 (AMS)

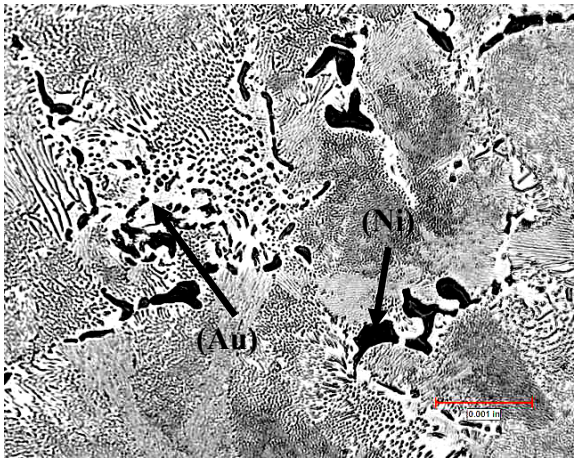
Micrographies de joints basés 15 min



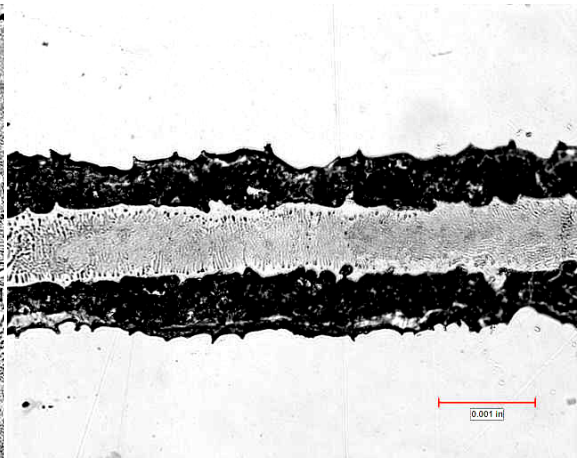
Grand écartement x200



Interface x500



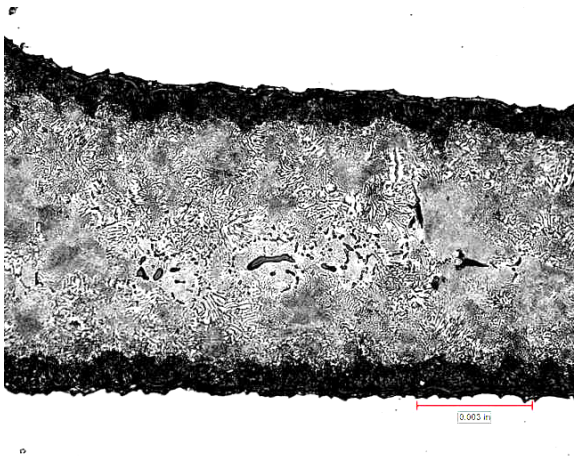
Centre x500



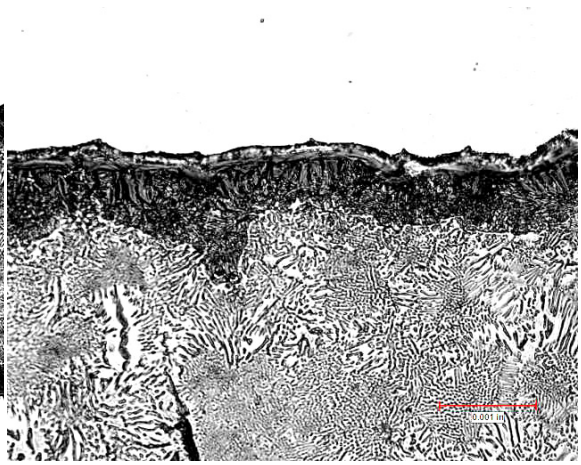
Faible écartement x500

- BAu-6 (AMS)

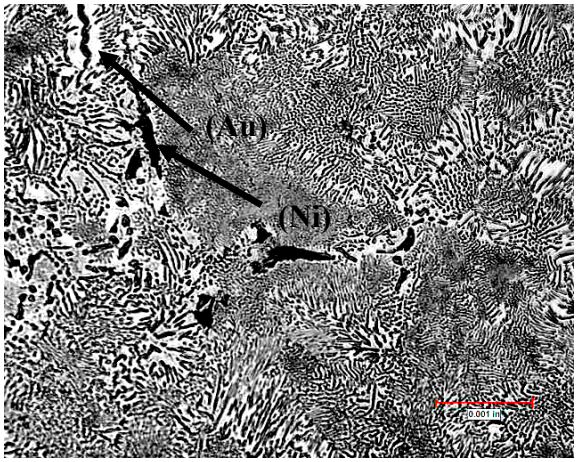
Micrographies de joints brasés 15 min



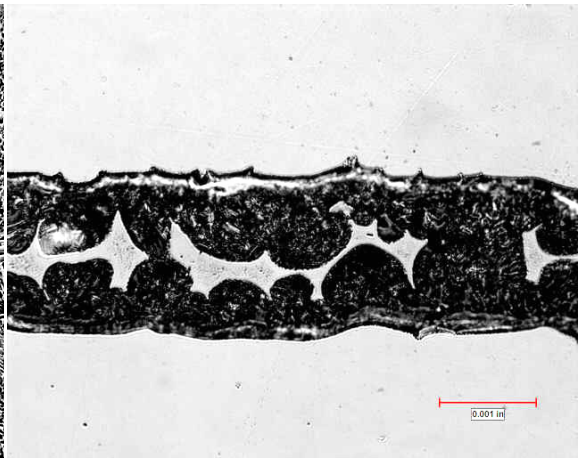
Grand écartement x200



Interface x500



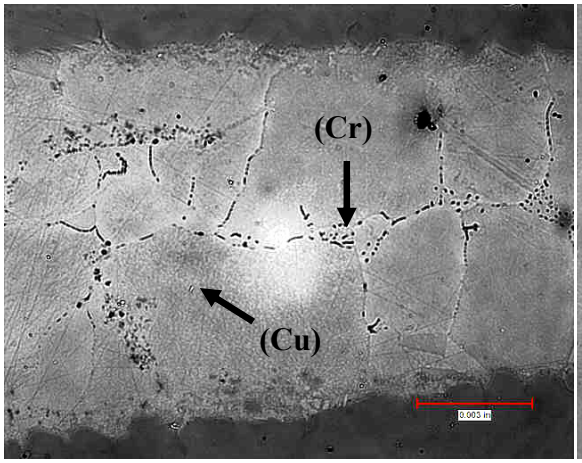
Centre x500



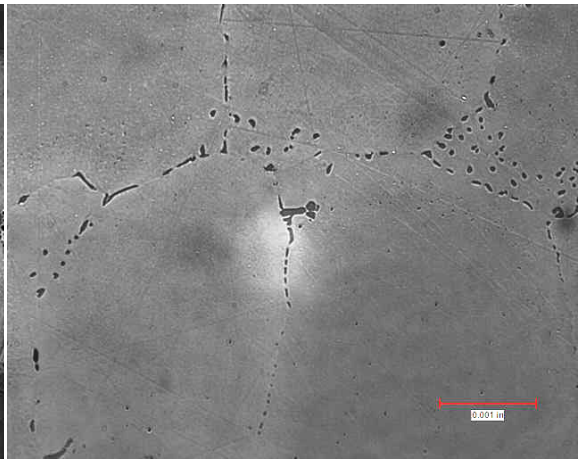
Faible écartement x500

- BCu-1 (AMS)

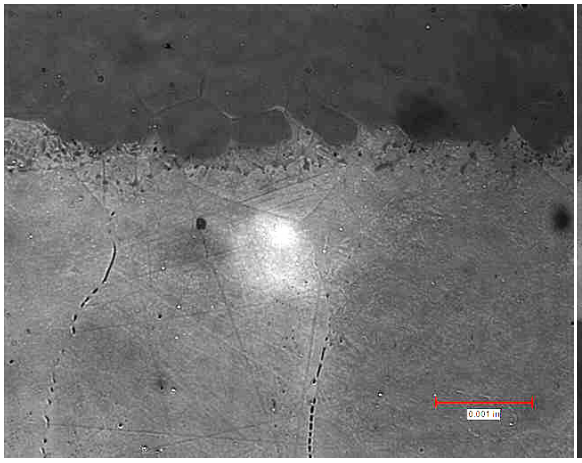
Micrographies de joints brasés 15 min



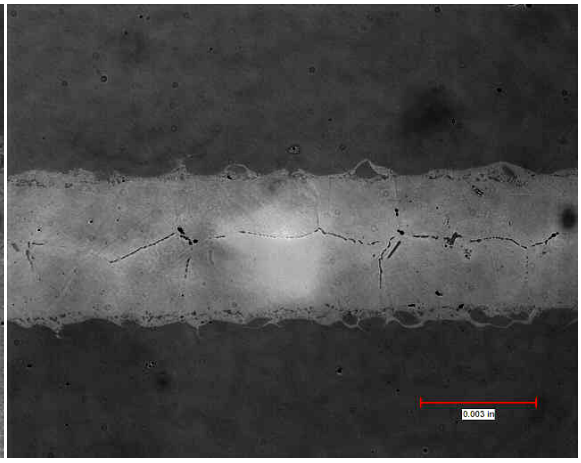
Grand écartement x200



Interface x500



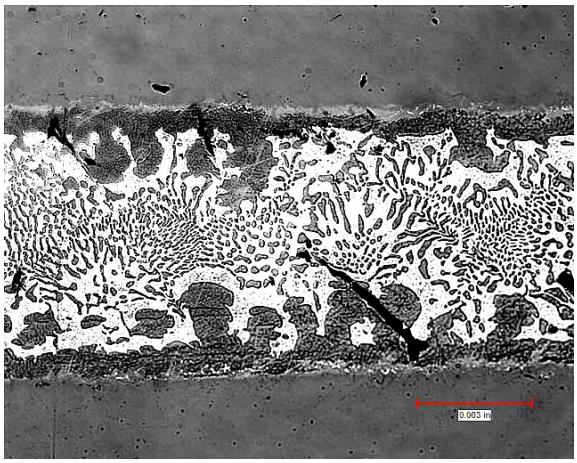
Centre x500



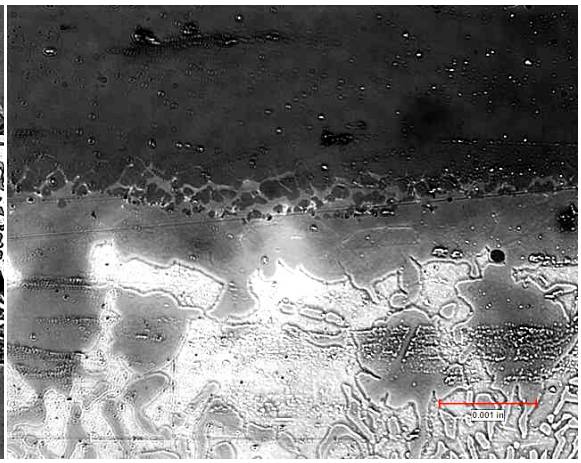
Moyen écartement x200

- BAg-13a (AMS)

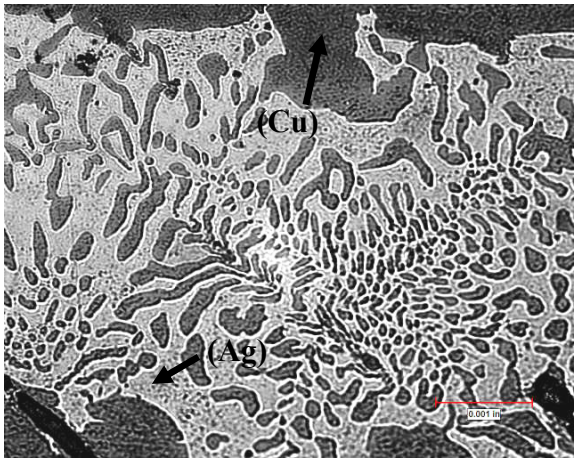
Micrographies de joints brasés 15 min



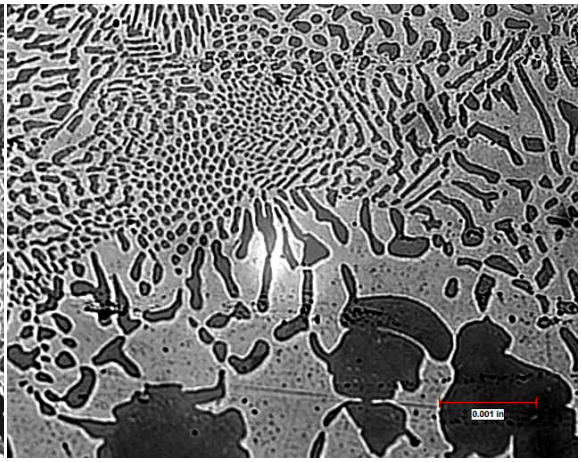
Grand écartement x200



Interface x500



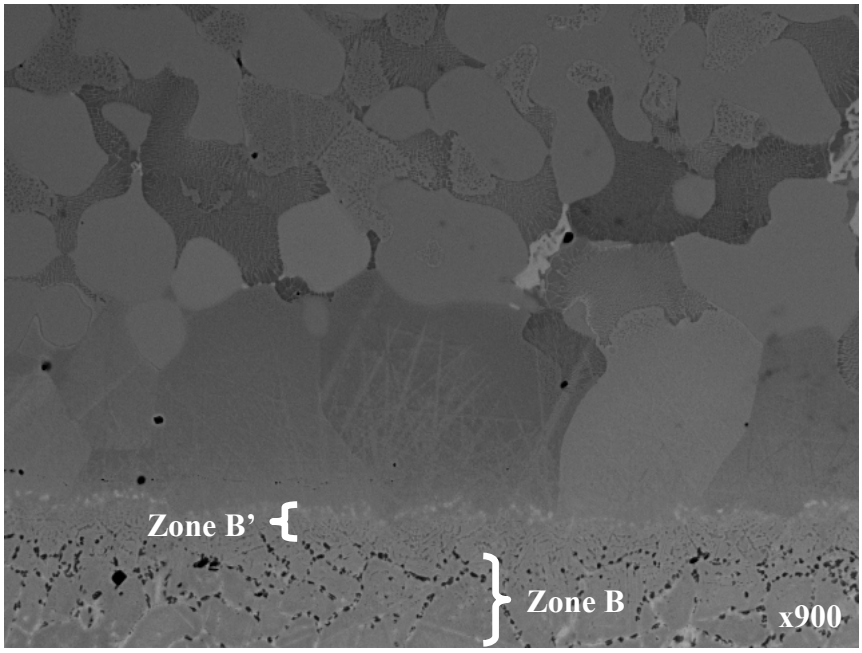
Centre x500



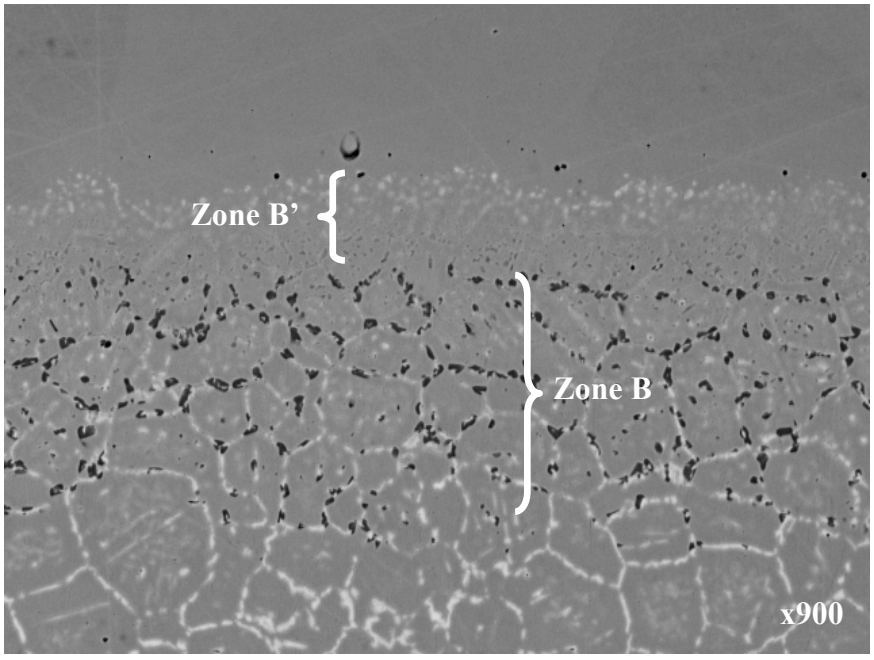
Centre x500

ANNEXE XVI

AUGMENTATION DES ZONES D'INTERFACE B ET B' POUR BNI-2 ET BNI-3



Interface B et B' d'un joint de BNi-3 brasé 15 minutes (x900)



Interface B et B' d'un joint de BNi-3 brasé 150 minutes (x900)

BIBLIOGRAPHIE

Aluru, R., W. F. Gale, S. V. Chitti, N. Sofyan, R. D. Love et J. W. Fergus. 2008. « Transient liquid phase bonding of dissimilar nickel base superalloys — wettability, microstructure and mechanical properties ». *Materials Science & Technology,* vol. 24, n° 5, p. 517-528.

AWS. 2007. *Brazing handbook*, 5th. Miami, Flor.: American Welding Society, 704 p.

Bose, D., A. Datta, A. Rabinkin et N. J. De Cristofaro. 1986. « High strength nickel-palladium-chromium brazing alloys ». *Welding Journal,* vol. 65, n° 1, p. 23 s-29 s.

Chakrabarti, D.J., D.E. Laughlin, S.W. Chen et Chang Y.A. 1991. « Binary phase diagram (Cu,Ni) ». In *Alloy phase diagrams*, sous la dir. de Handbooks, ASM. Vol. 3. Materials Park, Ohio: ASM International.

D'Silva, T. L. 1979. « Nickel-palladium base brazing filler metal ». *Welding Journal,* vol. 58, n° 10, p. 283 s-286 s.

Donachie, Matthew J., et Stephen James Donachie. 2003. *Superalloys : a technical guide*, 2nd. Materials Park, Ohio: ASM International, 439 p.

Guiraldenq, P. 1994. « Diffusion dans les métaux ». *Techniques de l'ingénieur,* vol. M, n° 55, p. 1-45.

Gupta, K.P. 1990. « Cr-Mo-Ni isothermal section at 600°C ». In *Alloy phase diagrams*, sous la dir. de Handbooks, ASM. Vol. 3. Materials Pak, Ohio: ASM International.

Hirthe, T. P. 2009. « Brazing Q&A ». *Welding Journal,* vol. 88, n° 4 (Apr), p. 67.

Hooven, W. T., et K. W. Nokes. 1990. « Make your vacuum brazing furnaces user-friendly ». *Welding Journal,* vol. 69, n° 10 (Oct), p. 25-29.

Humpston, Giles, et David M. Jacobson. 1993. *Principles of soldering and brazing*. Materials Park, Ohio: ASM International, xiii, 281 p.

« Le grand dictionnaire terminologique ». <www.oqlf.gouv.qc.cq/ressources/gdt.html>.

Lebaili, S., et S. Hamar-Thibault. 1987. « Equilibres liquide-solide dans le systeme Ni-B-Si dans la region riche en nickel ». *Acta Metallurgica,* vol. 35, n° 3, p. 701-710.

Liaw, D. W., et R. K. Shiue. 2005. « Infrared brazing of Mo using the 70Au-22Ni-8Pd alloy ». *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials,* vol. 23, n° 2, p. 91-97.

Liu, G. W., F. Valenza, M. L. Muolo, G. J. Qiao et A. Passerone. 2009. « Wetting and interfacial behavior of Ni-Si alloy on different substrates ». *Journal of Materials Science,* vol. 44, n° 22 (Nov), p. 5990-5997.

Lugscheider, E., O. Knotek et K. Kloehn. 1978. « Development of nickel-chromium-silicon base filler metals ». *Welding Journal,* vol. 57, n° 10, p. 319 s-323 s.

Lugscheider, E., et K. D. Partz. 1983. « High temperature brazing of stainless steel with nickel-base filler metals BNi-2, BNi-5 and BNi-7 ». *Welding Journal,* vol. 62, n° 6, p. 160 s-164 s.

Lugscheider, E., K. D. Partz et R. Lison. 1982. « Thermal and metallurgical influences on AISI 316 and Inconel 625 by high temperature brazing with nickel base filler metals ». *Welding Journal,* vol. 61, n° 10, p. 329 s-333 s.

Lugscheider, E., et H. Pelster. 1983. « Nickel base filler metals of low precious metal content ». *Welding Journal,* vol. 62, n° 10, p. 261 s-266 s.

Madeni, J.C., B. Rodas et S. Liu. 2009. « Effect of alloying additions in filler metal flow on 304L stainless steel base metal : evaluation of pure copper and BNi-2 filler metals ». *Proceedings of the 4th international brazing and soldering conference*, (26-29 avril 2009).

Nowacki, J., M. Danielewski et R. Filipek. 2004. « Brazed joints evaluation and computer modelling of mass transport in multi-component systems in the Au-Ni solder-14-5 PH joints ». *Journal of Materials Processing Technology,* vol. 157, (Dec), p. 213-220.

Okamoto, H., et T.B. Massalski. 1991. « Binary phase diagram (Au-Ni) ». In *Alloy phase diagrams*, sous la dir. de Handbooks, ASM. Vol. 3. Materials Park, Ohio: ASM International.

Ou, C. L., et R. K. Shiue. 2003. « Microstructural evolution of brazing 422 stainless steel using the BNi-3 braze alloy ». *Journal of Materials Science,* vol. 38, n° 11 (Jun), p. 2337-2346.

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

Protsenko, P., A. Terlain, V. Traskine et N. Eustathopoulos. 2001. « The role of intermetallics in wetting in metallic systems ». *Scripta Materialia,* vol. 45, n° 12, p. 1439-1445.

Quéré, D. 2003. « Lois du mouillage et de l'imprégnation ». *Techniques de l'ingénieur,* vol. J, n° 2 140, p. 1-15.

Roberts, Philip M. 2004. *Industrial brazing practice*. Boca Raton, Flor.: CRC Press, 383 p.

Sakamoto, A., C. Fujiwara, T. Hattori et S. Sakai. 1989. « Optimizing processing variables in high-temperature brazing with nickel-based filler metals ». *Welding Journal,* vol. 68, n° 3 (Mar), p. 63-71.

Schwartz, Mel M. 1987. *Brazing*. Metals Park, Ohio: ASM International, xiv, 455 p. p.

Slama, C., et G. Cizeron. 1997. « Etude du comportement structural de l'alliage NC 19 Fe Nb (Inconel 718) (Structural behaviour of INC 718) ». *Journal de Physique III,* vol. 7, p. 665-88.

Solomon, H. D., R. E. Delair et J. Thyssen. 2003. « The high-temperature wetting balance and the influence of grit blasting on brazing of IN718 ». *Welding Journal,* vol. 82, n° 10 (Oct), p. 278 s-287 s.

Subramanian, P.R., et J.H. Perezko. « Binary phase diagram (Ag,Cu) ». In *Alloy phase diagrams*, sous la dir. de Handbooks, ASM. Vol. 3. Materials Park, Ohio: ASM International.

Tolle, M. C., M. E. Kassner, E. Cerri et R. S. Rosen. 1995. « Mechanical behavior and microstructure of Au-Ni brazes ». *Metallurgical and Materials Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science,* vol. 26A, n° 4 (Apr), p. 941-948.

Tsoungui, Félix. 2010. « Caractérisation mécanique et microstructurale des joints brasés d'alliages aéronautiques avec du BNI-2 comme métal d'apport ». Montréal, École de technologie supérieure.

Tung, S. K., L. C. Lim et M. O. Lai. 1995. « Microstructural evolution and control in BNi-4 brazed joints of nickel 270 ». *Scripta Metallurgica Et Materialia,* vol. 33, n° 8 (Oct), p. 1253-1259.

Tung, S. K., L. C. Lim et M. O. Lai. 1996. « Solidification phenomena in nickel base brazes containing boron and silicon ». *Scripta Materialia,* vol. 34, n° 5 (Mar), p. 763-769.

Turner, Daniel. 2005. *Évolution microstructurale des joints brasés sur l'inconel 718 avec les alliages BNi-2 et PALNICRO 36M*. Montréal: École de technologie supérieure, xiii, 162 p.

Villars, P., A. Prince et H. Okamoto. 1995. *Handbook of ternary alloy phase diagrams*. Materials Park, Ohio: ASM International.

Weinstein, M., R. L. Peaslee et F. M. Miller. 2009. « How to Choose Nickel-Based Filler Metals for Vacuum Brazing ». *Welding Journal,* vol. 88, n^{o} 4 (Apr), p. 59-61.

Wu, X. W., R. S. Chandel, H. P. Seow et H. Li. 2001. « Wide gap brazing of stainless steel to nickel-based superalloy ». *Journal of Materials Processing Technology,* vol. 113, n^{o} 1-3 (Jun), p. 215-221.

Wu, Xiaowei, R. S. Chandel, Hang Li, H. P. Seow et Shichun Wu. 2000. « Induction brazing of Inconel 718 to Inconel X-750 using Ni-Cr-Si-B amorphous foil ». *Journal of Materials Processing Technology,* vol. 104, n^{o} 1-2, p. 34-43.

Yeh, M. S., et T. H. Chuang. 1997. « Effects of applied pressure on the brazing of superplastic INCONEL 718 superalloy ». *Metallurgical and Materials Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science,* vol. 28A, n^{o} 6 (Jun), p. 1367-1376.

Yuan, X., C. Y. Kang et M. B. Kim. 2009. « Microstructure and XRD analysis of brazing joint for duplex stainless steel using a Ni-Si-B filler metal ». *Materials Characterization,* vol. 60, n^{o} 9 (Sep), p. 923-931.