



**HAL**  
open science

# Contribution à la détermination des phases formées à l'interface des liaisons céramo-métalliques : analyse de l'influence de la texture initiale du métal de base sur leurs orientations

Abdelouahad Tahani

► **To cite this version:**

Abdelouahad Tahani. Contribution à la détermination des phases formées à l'interface des liaisons céramo-métalliques : analyse de l'influence de la texture initiale du métal de base sur leurs orientations. Matériaux. Université Paul Verlaine - Metz, 1993. Français. NNT : 1993METZ001S . tel-01775438

**HAL Id: tel-01775438**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01775438>**

Submitted on 24 Apr 2018

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

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



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

**CONTRIBUTION A LA DETERMINATION DES PHASES FORMEES  
A L'INTERFACE DES LIAISONS CERAMO-METALLIQUE -  
ANALYSE DE L'INFLUENCE DE LA TEXTURE INITIALE DU METAL  
DE BASE SUR LEURS ORIENTATIONS**

-----  
par  
**ABDELOUAHAD TAHANI**  
-----

**THESE**

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE SCIENCES ET TECHNIQUES	
N° Inv.	1993002 S
Cote	S1M2 931L
Loc.	Magasin
Cat.	

Soutenu le 16 Juillet à l'U.F.R. M.I.M. de l'Université de Metz

en vue de l'obtention du grade de  
DOCTEUR de L'UNIVERSITE de METZ  
Spécialité : SCIENCES de L'INGENIEUR

---

**JURY**

Mme. M.J. PHILIPPE    Professeur à l'Université de Metz (Examinateur)  
MM. G. LASCAR        Maître de conférence associé à l'université de Metz- Ingénieur  
                             de recherche à l'Institut de soudure (Directeur de thèse)  
G. BORCHARDT        Professeur à l'Université de Clausthal-Zellerfeld (rapporteur)  
D. TREHEUX          Professeur à l'Ecole Centrale de Lyon (rapporteur)  
C. ESLING             Professeur à l'Université de Metz(Examinateur)

---

## REMERCIEMENTS

Le présent travail a été effectué au laboratoire de métallurgie des matériaux polycristallins (LM2P) de l'université de Metz.

J'exprime ma sincère gratitude à Monsieur le professeur C. ESLING, directeur du LM2P, pour l'accueil qu'il m'y a réservé et pour avoir bien voulu se joindre au jury de thèse.

Je tiens à remercier Madame le professeur M.J.PHILIPPE de l'université de Metz, du soutien qu'elle m'a accordé tous le long de ces années et d'avoir bien voulu participé à ce jury de thèse.

Monsieur Guy LASCAR, directeur de thèse, je lui suis reconnaissant de m'avoir accordé sa confiance et de m'avoir fait bénéficier de son expérience et de sa compétence, la bienveillante attention qu'il a accordé à cette étude et le temps qu'il a consacré à me guider dans mon travail ont été décisifs pour sa réalisation.

En acceptant d'être rapporteurs de ma thèse et membres du jury, les professeurs G. BOURCHARDT de l'université de Clausthal-Zellerfeld et D. TREHEUX de l'école Centrale de Lyon me font un grand honneur, je leur exprime mes vifs remerciements...

Mes remerciements vont également à Monsieur THILL et tous mes camarades étudiants chercheurs et à tout le personnel du LM2P pour leur soutien .

Enfin, mes sincères remerciements à ma femme pour son sacrifice personnel et pour le soutien qu'elle m'a accordé tout le long de ces années.



## SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE.....	1
----------------------------	---

### *PREMIERE PARTIE*

I- INTRODUCTION.....	3
II- BRASAGE.....	4
II-1 mouillabilité du métal d'apport.....	4
II-2 brasage réactif.....	12
III- THERMOCOMPRESSION.....	15
III-1 choix du métal d'apport.....	15
III-2 contrainte et vitesse de déformation du métal d'apport .....	18
III-3 influence de l'atmosphère.....	21
III-4 influence de la rugosité des surfaces et du palier thermique à la température de liaison sous la contrainte de déformation du métal d'apport.....	22
IV SOUDAGE-DIFFUSION.....	24
IV-1 généralités.....	24
IV-2 paramètres à prendre en compte lors du soudage-diffusion.....	24
IV-3 étude des mécanismes d'adhésion aux interfaces de liaison.....	29
IV-4 facteurs d'influence.....	34
V CONCLUSION.....	36

## DEUXIEME PARTIE

INTRODUCTION.....	38
I- ELABORATION DES ECHANTILLONS.....	39
1- BRASAGE.....	40
1-1 Matériaux utilisés.....	40
1-2 Préparation des surfaces.....	41
1-3 Conditions expérimentales de brasage.....	41
2- THERMOCOMPRESSION.....	47
2-1 Matériaux utilisés.....	47
2-2 Préparation des surfaces.....	48
2-3 Configuration des assemblages.....	50
2-4 Mode opératoire de thermocompression.....	50
3- SOUDAGE-DIFFUSION.....	52
3-1 matériaux utilisés.....	52
3-2 préparation des surfaces.....	52
3-3 configuration des assemblages.....	52
3-4 mode opératoire de thermocompression.....	52
II- TEXTURES ET MICROGRAPHIES AVANT ASSEMBLAGE.....	57
1- micrographies des échantillons.....	57
2- textures des échantillons.....	58
III- TEXTURES ET INVESTIGATIONS METALLOGRAPHIQUES EFFECTUEES SUR LES ASSEMBLAGES.....	68
1- THERMOCOMPRESSION.....	68
1-1 paramètres et caractéristiques des liaisons .....	68
1-2 modes opératoires d'analyse après liaison.....	69

1-3 résultats et interprétations.....	69
1-4 conclusion .....	75
2- BRASAGE.....	88
2-1 paramètres et caractéristiques des liaisons.....	88
2-2 mode opératoire d'analyse après liaison.....	88
2-3 résultats et interprétations.....	90
2-4 conclusion.....	94
3- SOUDAGE-DIFFUSION.....	110
3-1 paramètres et caractéristiques des liaisons.....	110
3-2 modes opératoire d'analyse après liaison.....	110
3-3 résultats et interprétations.....	112
3-4 conclusion.....	113
CONCLUSION GENERALE.....	121

## ANNEXES

ANNEXE I : METHODE D'ANALYSE DES TEXTURES

ANNEXE II : DIAGRAMME DE KIKUCHI

ANNEXE III : CONTRAINTES DE DEFORMATION PLASTIQUE DU METAL  
D'APPORT

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

## INTRODUCTION GENERALE

La nature des liaisons chimiques assurant la cohésion des céramiques explique certaines caractéristiques physiques et mécaniques de ces matériaux ( masse volumique, conductibilité thermique, coefficient de dilatation faible, module d'élasticité et dureté élevés ).

Ces propriétés rendent certaines céramiques dites " thermomécaniques" intéressantes malgré une fragilité intrinsèque de celles-ci, plus importante que les alliages métalliques, pour la réalisation de certains ensembles technologiques. La céramique sera toujours sollicitée par un chargement mécanique statique, en général .

La fragilité des céramiques est liée à la nature des liaisons chimiques expliquant la cohésion de ces matériaux et aux différentes techniques de mise en forme issues de la métallurgie des poudres.

En conséquence , il sera souvent difficile de réaliser des pièces de dimensions importantes en céramique, du fait de la dispersion des caractéristiques mécaniques observée pour ces matériaux liée à l'élaboration.

Le plus souvent il sera réalisé soit un dépôt céramique selon différentes techniques ( plasma, canon à détonation, C.V.D, P.V.D, ..... ) ou un assemblage de la céramique sur un support métallique possédant de bonnes caractéristiques d'endurance.

De nombreuses études ont été réalisées sur les techniques d'assemblage céramo-métallique et métal-métal.

Il en ressort que l'une des principales difficultés rencontrées est issue des contraintes résiduelles générées par la différence de la loi de comportement mécanique qui existe surtout entre les céramiques et les alliages métalliques ( $E_c \neq E_m, \alpha_c \neq \alpha_m$ ) et la formation de phases ou constituants dans les zones de réaction des matériaux de base , sur une certaine profondeur . La variation de volume engendrée par la formation des différents constituants ou phases et la loi de comportement mécanique de ceux-ci sont aussi à l'origine de contraintes résiduelles.

Ces contraintes résiduelles et la réaction de métal liquide avec les substrats ( corrosion de la céramique ) augmentent la fragilité de la céramique et sont à l'origine de fissuration différée cohésive de la céramique dans la zone de liaison, qui est parfois très rapide.

Différentes procédures technologiques sont mises en oeuvre afin de permettre l'accommodation des matériaux et limiter l'influence des contraintes résiduelles ( multicouches de compliance, dépôt de matériaux ductiles, dépôts orientés selon une direction données ou un plan cristallographique permettant l'écoulement de l'énergie élastique liée aux contraintes résiduelles ).

De fait la dissipation de l'énergie élastique issue des contraintes résiduelles ne peut se réaliser que par cisaillement de l'interface de liaison.

Cette réaction macro et micromécanique est liée au facteur géométrique mécanique de l'assemblage, à la loi de comportement mécanique des composés formés à l'interface de liaison et dans la céramique, à la profondeur de la zone de réaction dans la céramique.

Dans ce contexte, certaines hypothèses peuvent être posées, liées aux aspects relationnels entre la structure et le comportement des zones de liaison, soit :

- Influence favorable ou défavorable de la texture initiale du métal de base sur l'orientation des composés formés dans la zone de réaction métal de base / métal d'apport, métal d'apport / céramique.

- Influence de la texture de solidification du métal d'apport dans le cas d'assemblage réalisés selon la méthode de brasage sous vide.

Il est nécessaire, pour répondre aux questions qui se posent de ce point de vue, de connaître la nature et la structure des composés formés lors des réactions qui se développent en cours de liaison.

Bien qu'en fonction de la technique d'assemblage mise en oeuvre et de la cinétique de réaction à l'interface de la céramique, l'épaisseur de la zone de réaction au niveau de l'interface métal / métal et céramique / métal soit en général relativement faible et rende difficile les investigations de caractérisations physico-chimiques, nous nous proposons d'analyser :

- la méthodologie permettant la caractérisation des différentes phases et constituants formés entre les alliages métalliques et des céramiques thermomécaniques.

- l'influence de la texture initiale du métal de base sur l'orientation des composés formés à l'interface de liaison métal / métal et métal / céramique, sachant qu'il peut exister certaines orientations cristallographiques favorables à la dissipation de l'énergie élastique, issue des contraintes résiduelles, par fluage ou par plasticité de l'interface de liaison ou de certaines zones de liaison.

Dans la première partie on présente une synthèse bibliographique sur les trois méthodes d'assemblages et dans la deuxième partie on présente les résultats expérimentaux.

PREMIERE PARTIE

## II- BRASAGE :

La recherche d'une liaison céramique-métal présentant des caractéristiques intéressantes en service a fait naître différentes méthodes d'assemblage .

Parmi ces techniques, on trouve :

Le brasage qui s'effectue, soit à haute température, soit à basse température .

Le brasage à basse température s'effectue à une température inférieure ou égale à 450°C, soit dans un four sous vide, soit en chauffant les interfaces par ultrasons /1/ ou autres méthodes de chauffage.

Le brasage à haute température s'effectue à une température supérieure à 450°C . On distingue différentes méthodes :

- Métallisation directe .
- Liaisons actives .
- Brasage par fusion d'oxydes .
- Brasage eutectique direct .
- Brasage réactif .
- Brasage-diffusion .

Dans notre étude, nous avons considéré uniquement le brasage réactif. L'un des principaux paramètres du brasage est la mouillabilité du métal d'apport liquide sur la surface des céramiques et des alliages métalliques .

### II-1 MOUILLABILITE DU METAL D'APPORT :

#### a/ généralités :

L'aptitude d'un liquide à mouiller une surface solide est caractérisée par l'angle de contact  $\theta$  formé par l'équilibre des trois énergies superficielles interfaciales :

- liquide-vapeur (LV)
- solide-vapeur (SV)
- solide-liquide (SL) voir figure 1 .

## **I-INTRODUCTION :**

Les liaisons céramique-métal sont de plus en plus mises en oeuvre, du fait des diverses propriétés des céramiques. En effet, elles sont utilisées dans les domaines industriels : électronique, biotechnologie, aéronautique, connexions, moteurs, nucléaire, etc....

Mais compte tenu des différences fondamentales entre les deux familles de matériaux, des difficultés d'obtention de liaisons fiables subsistent, même après un certain temps de mise au point de procédés de liaisons (brasage, soudage-diffusion, thermocompression, dépôt chimique en phase vapeur, dépôt physique en phase vapeur, etc...) .

Il est nécessaire de poursuivre les études fondamentales, de façon à maîtriser les mécanismes d'adhésion qui se développent.

Il existe deux familles d'assemblage céramo-métallique :

**A)** L'assemblage qui tient compte de la différence de coefficient moyen de dilatation linéaire. On y trouve :

- Le frettage.
- L'insertion à la coulée. ( il existe aussi une partie d'adhésion réactive dans ce cas ).

**B)** Les techniques qui mettent en jeu les phénomènes suivants:

- Mouillabilité.
- Diffusion.
- Réactions chimiques.
- Liaisons sur des chaînes pendantes, des défauts de structure.
- Liaisons électroniques

En plus de ces phénomènes, il peut exister une adhésion mécanique cohésive ou adhésive qui permet une adhésion primaire antérieure aux mécanismes de liaison du type physico-chimiques (liaison réactive ).

Ces mécanismes résultent :

- des aspects mécaniques de la liaison
- des interactions physico-chimiques avec réactions interfaciales
- de l'influence des impuretés superficielles et des défauts de surface qui peuvent intervenir lors de la création de la liaison.

Dans cette première partie, nous présentons les méthodes d'assemblages céramique-métal effectuées au cours de notre étude :

- le brasage
- la thermocompression
- le soudage-diffusion.



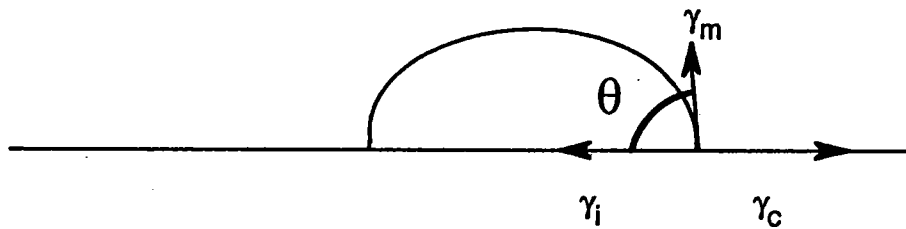


figure 1 : Angle de contact formé par une goutte posée sur un support solide plan ( goutte sessile ) /2/.

Pour l'équilibre thermodynamique, l'angle de contact est relié aux trois énergies de surface par l'équation de YOUNG - DUPRE :

$$\cos \theta = \frac{\gamma_{s/v} - \gamma_{s/l}}{\gamma_{l/v}} \quad (1)$$

$\gamma_{s/v}$  : énergie de surface du solide à l'interface solide / vapeur

$\gamma_{l/v}$  : énergie de surface à l'interface liquide / vapeur

$\gamma_{s/l}$  : énergie de surface à l'interface solide / liquide.

Dans le contexte du brasage métallo-céramique, l'équation (1) devient :

$$\cos \theta = \frac{\gamma_c - \gamma_i}{\gamma_m} \quad (2)$$

$\gamma_i$  : énergie de surface du métal d'apport liquide.

$\gamma_i$  : énergie d'interface céramique / métal d'apport liquide.

$\gamma_c$  : énergie de surface de la céramique.

$\theta = 0$  ; correspond au mouillage parfait.

$$\text{On a : } \gamma_m - \gamma_c + \gamma_i = 0$$

$\theta = 180$  ; correspond à  $\gamma_c + \gamma_m = \gamma_i$

$\theta = 90$  ; correspond à  $\gamma_c = \gamma_i$ , qui est une valeur critique du mouillage.

HONDROS définit l'énergie nécessaire pour provoquer la séparation des deux phases condensées en contact, qui n'est autre que l'énergie d'adhésion, soit :

$$W_{ad} = \gamma_c + \gamma_m - \gamma_i \quad (3)$$

La condition de formation d'interface (i) est :

$$\gamma_i < \gamma_c + \gamma_m$$

L'énergie d'adhésion est d'autant plus forte que l'énergie d'interface céramique-métal est faible. Ceci peut être expliqué par le fait que l'énergie d'interface est fonction des réactions chimiques à l'interface et des structures électroniques existantes, donc à l'équilibre s'il n'existe pas de réaction chimique à l'interface ou une structure électronique qui se développe  $\gamma_c < \gamma_i < \gamma_{mc}$ , l'énergie d'interface tend vers l'énergie de surface la plus faible donc vers une énergie d'adhésion élevée.

La relation entre ces deux énergies est définie par la figure 2. Ceci pour différents couples céramique-métal.

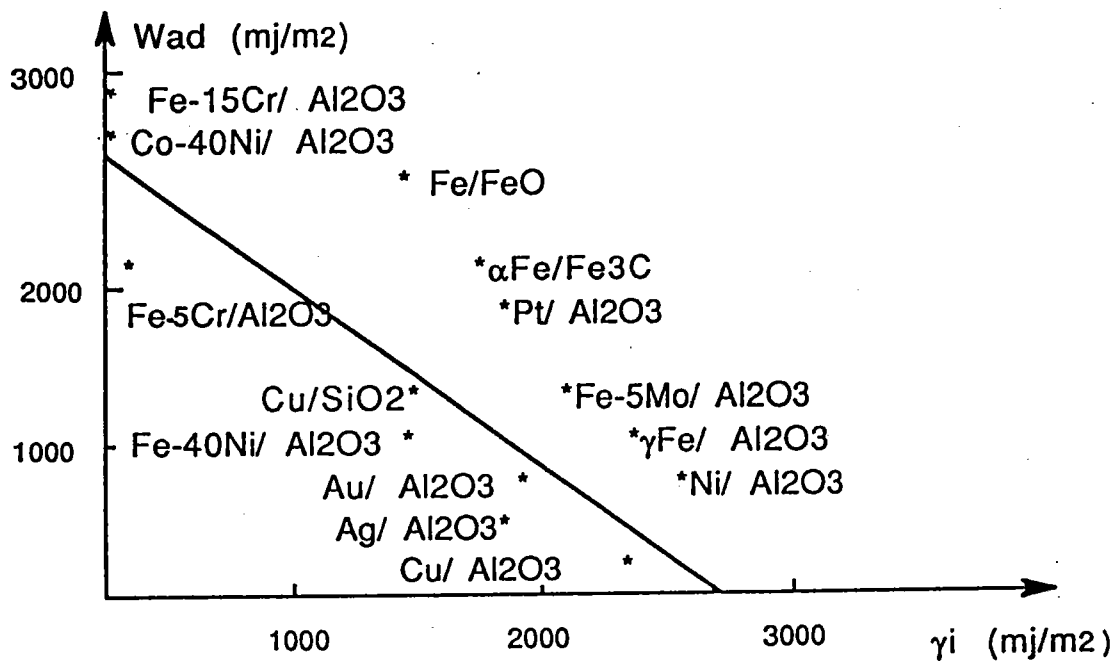


figure 2 : diagramme Wad en fonction de  $\gamma_i$  pour différents couples  
céramique-métal /3/.

Ces énergies de surface et d'interface sont très difficiles à déterminer.  
D'après les équations 2 et 3, l'énergie d'adhésion s'exprime en fonction de  
l'énergie de surface du métal d'apport liquide et de l'angle de contact  $\theta$  par :

$$Wad = \gamma_m (1 + \cos \theta) \quad (4)$$

## b / Mouillabilité des céramiques par les métaux liquides :

Au cours du mouillage des oxydes solides par les métaux liquides, on remarque une forte dispersion des valeurs de l'angle de contact  $\theta$  mesurées par différents expérimentateurs. ( ceci est vrai pour d'autres natures de céramiques  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{SiC}$  par exemple ).

Pour le couple  $\text{Fe} / \text{Al}_2\text{O}_3$  polycristalline, la valeur de l'angle de contact  $\theta$  est comprise entre  $111^\circ$  et  $141^\circ$  voir tableau I .

T °C	teta en degré	Atmosphère
1550	141 124,40 128,70	vide H2 He
1550	128	He
1560	141	Ar
1550	130	He
1600	118	H2
1600	132	He
1550	118	Ar
1550	111	Ar-H2

tableau I : Angle de contact du fer pur sur l'alumine / 4 /.

L'angle de contact varie en fonction de la nature des couches de surface ( oxydes...), la nature des molécules présentes sur la surface et les effets de ségrégations chimiques. Cela peut expliquer les écarts observés entre l'angle de contact pour une atmosphère (vide) , réductrice ou neutre.

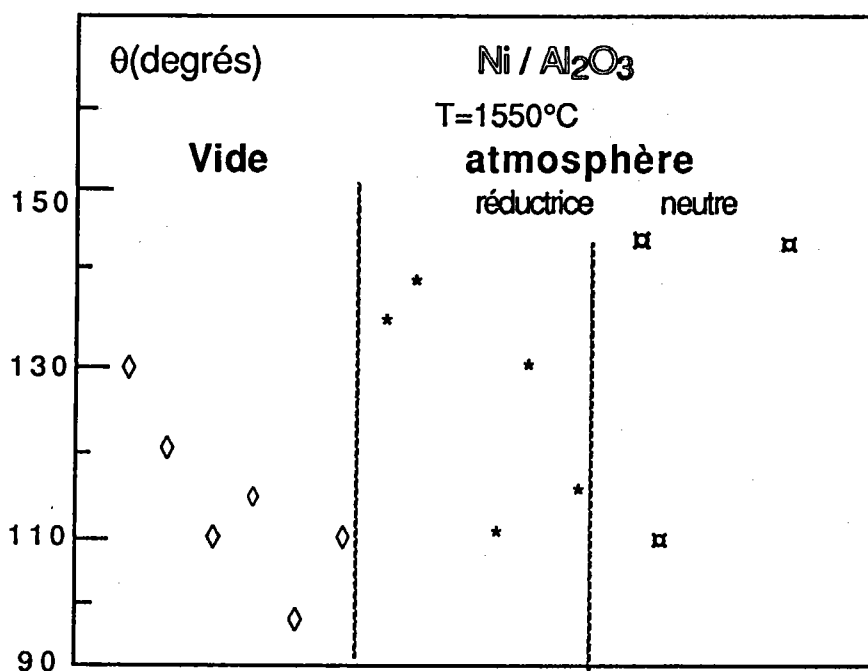


figure 3 : résultats de mesure de l'angle de contact présentés par différents auteurs pour le système Ni / Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> T = 1550°C /4/.

La nature et le taux des impuretés contenues dans les phases solides et liquides variant d'une expérience à l'autre, ne peuvent expliquer que très partiellement la dispersion observée / 6 /.

La source principale de cette dispersion, semble être la nature physico-chimique complexe de la surface, de la présence des oxydes ioniques ou covalents qui dépend fortement des conditions expérimentales / 6 / ( distribution des charges électroniques en surface ).

En l'absence de réaction, les métaux liquides purs mouillent imparfaitement les oxydes.

Ceci est dû à la différence de structure électronique de surface et à la différence de potentiel de surface qui existent entre l'interface de l'oxyde et celle du métal liquide.

Deux types d'éléments paraissent susceptibles de modifier sensiblement la mouillabilité même à faible concentration:

- les éléments très électropositifs.
- les métalloïdes ( l'oxyde par exemple ), ceci est justifié par le caractère d'affinité chimique entre les éléments électropositifs et électronégatifs.

En effet :

- Les impuretés, les dislocations superficielles, les effets de texture, modifient le coefficient de diffusion superficiel des atomes métalliques du métal d'apport.

- Les gaz adsorbés physiquement sur la surface sont piégés par les défauts ( lacunes, marches, .... ) / 5 / et / 6 / .

Ces gaz peuvent former des composés chimiques stables thermodynamiquement ( ceci en réagissant avec les atomes de surface ).

Ce qui peut également bloquer le phénomène de diffusion.

La contrainte normale de rupture de la goutte sessile ( considérée à l'état solide sur la céramique ) est fonction de l'angle de contact.

Ceci est traduit par l'expression proposée par / 7 / :

$$\sigma_N = 4 F \operatorname{tg}\left(\frac{\theta - 90}{\pi\left(\frac{dm}{2}\right)^2}\right) \quad (5)$$

Avec :

F : force tangentielle d'arrachement de la goutte de métal solidifiée.

$\theta$  : angle de contact du métal solidifié.

dm : diamètre de la goutte du métal solidifié.

$\sigma_N$  : contrainte normale de rupture.

La contrainte de rupture est indépendante de l'angle de mouillage pour la zone ( a ) de la figure 4 ( La rupture a lieu par cisaillement ).

Par contre, elle décroît au fur et à mesure que l'angle de mouillage augmente pour la zone ( b ) figure 4.

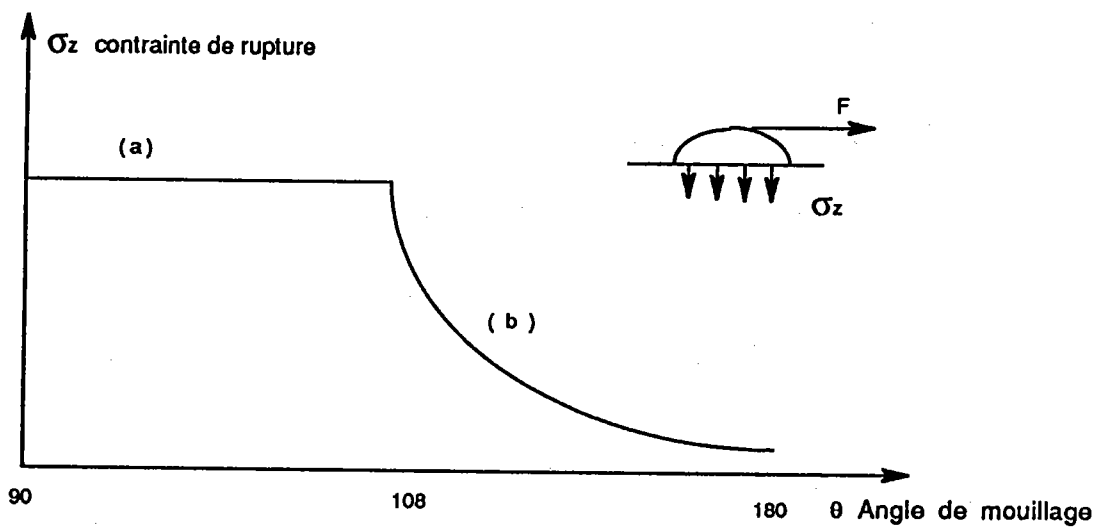


figure 4 : Diagramme représentant la contrainte de rupture en fonction de l'angle de mouillage /8/.

## II-2 BRASAGE REACTIF

Le brasage réactif se distingue des autres techniques ( brasage actif, brasage par fusion d'oxyde, eutectique direct ..... ) par le fait qu'il n'est pas effectué de dépôt sur la surface de la céramique ou du métal de base.

### a/ Mode opératoire :

Le métal d'apport contient du titane et d'autres éléments d'alliages qui réagissent avec la céramique et le métal de base /9/; /10/; /11/ et /12/.

Généralement les alliages sont à base d'argent /13/.

nature de l'alliage	composition chimique ( % en poids )	solidus	liquidus	température de brasage
Ag-Cu-Ti	70,5-26,5-3	780	805	850-950
Ag-Cu-Ti	64-34,5-1,5	770	810	850-950
Ag-Cu-In-Ti	72,5-19,5-5,3	730	760	850-950
Ag-Ti	96-4	970	- - -	1000-1050
Sn-Ag-Ti	86-10-4	221	300	850-950
Pb-In-Ti	92-4-4	320	325	850-950

tableau II : métaux d'apport réactif.

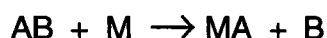
Le métal d'apport peut être un métal pur réactif /14/.

Il faut placer le métal d'apport entre les deux substrats et chauffer au dessus de la température de fusion du métal d'apport ( $T_B = T_F + 50$  à  $100$  °C ).

La liaison est réalisée, dans un four sous vide, ou sous atmosphère contrôlée.

### b/ Mécanismes de liaison :

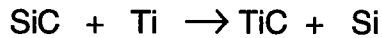
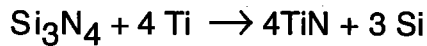
Les réactions à l'interface peuvent être du type :



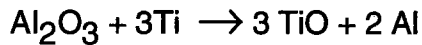
Dans le cas de l'assemblage du nitrure de silicium ou du carbure de silicium



avec un alliage métallique /15/, on trouve les réactions suivantes :



ou bien dans le cas de l'alumine:



### **c/ Analyse des paramètres d'influence :**

Le brasage réactif est réalisé sous vide ou sous atmosphère contrôlée, après dégraissage et décapage des surfaces.

Ainsi il faut tenir compte des finalités suivantes :

1- Les métaux d'apport sont élaborés avec les techniques de fonderie sous vide, ou autre techniques de mise en forme ( laminage, colaminage ect ....), afin d'éviter les pollutions qui sont nuisibles à l'adhésion.

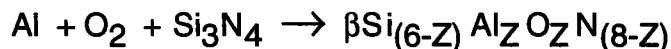
Le mode d'élaboration du métal d'apport intervient sur la mouillabilité de celui-ci sur la céramique et sur les facteurs technologiques d'influence.

2- Les composés qui se forment lors de la liaison sont ceux qui présentent l'enthalpie de formation la plus faible et l'activité chimique la plus importante.

3- Dans certains cas, la nature de la réaction céramique / métal donne lieu à la formation d'une autre nature de céramique à l'interface de la liaison ce qui est nuisible pour la résistance mécanique de la liaison /16/.



ou



4- Lors de la réalisation d'une liaison, il faut tenir compte de la fragilité des composés formés.

Remarquons que la contrainte de rupture de l'assemblage est liée :

- \* à la fragilité des phases formées,
- \* aux contraintes résiduelles générées au niveau de l'interface et dans la céramique,
- \* aux changements de structure de la céramique dans la zone de liaison /17/, et aux interactions des phases intergranulaires ( phénomènes se produisant aux joints de grains en présence du métal liquide).
- \* elle peut être fonction également de la contrainte appliquée pendant le brasage /18/.

5- En fonction de la céramique, l'angle de contact diminue lorsque la concentration en poids du titane du métal d'apport augmente ( dans l'intervalle de 5 à 10 % ), puis devient constant au delà de cet intervalle /19/. Le titane est un des éléments ayant une réactivité importante avec l'oxygène. L'adhésion du métal d'apport ( contenant du titane ) sur la surface de la céramique s'explique par la réaction chimique qui se produit entre le titane et la surface de la céramique. Des composés naissent suite à cette réaction, qui vont diminuer l'angle de contact du métal d'apport et augmenter l'énergie d'adhésion.

6- A partir de 800°C-1000°C et en fonction de la pression dans le four, la pression de vapeur saturante de l'argent est importante. Ceci nous impose de limiter la vaporisation de l'argent en adaptant la pression dans le four ( injection de pression partielle d'un gaz neutre ).

7- Il se forme des contraintes résiduelles engendrées par :

- la variation de volume issue de la formation des composés de réactions
- la contraction différentielle des matériaux.
- l'effet de corrosion de la céramique par le métal d'apport liquide.

Ces contraintes résiduelles peuvent provoquer la rupture de l'assemblage.

### III- THERMOCOMPRESSION :

La thermocompression, mise au point vers 1951, est une technique de liaison céramique-métal réalisée à l'état solide /21/.

Elle se distingue des autres méthodes de liaisons conventionnelles (métallisation directe, scellement actif, soudage diffusion...).

Elle permet d'obtenir une liaison céramique-métal en interposant un métal d'apport entre les deux substrats. Ceci sans métallisation préalable sur les surfaces des substrats.

La thermocompression consiste à déformer plastiquement à une température de 0,5 à 0,9  $T_f$  un métal d'apport qui est situé entre les éléments à assembler ( $T_f$  °C : étant la température de fusion du métal formant le métal d'apport).

Les paramètres de liaison sont :

- La nature du métal ou alliage formant le métal d'apport.
- L'état métallurgique du métal d'apport.
- La température de déformation plastique du métal d'apport.
- La contrainte de déformation plastique du métal d'apport.
- La vitesse de déformation plastique du métal d'apport.
- Le palier thermique à la température de déformation du métal d'apport sous la contrainte de déformation.
- L'atmosphère (milieu neutre, réducteur, vide....).
- La pression de vapeur saturante du métal d'apport à la température de liaison.
- L'électropositivité du métal d'apport par rapport aux substrats.
- La rugosité des surfaces.
- L'état physico-chimique des surfaces.

#### III-1 CHOIX DU METAL D'APPORT :

Trois critères de choix des métaux ou alliages utilisés pour former le métal d'apport sont à considérer /22/.

**a/ température de fusion du métal ou alliage formant le métal d'apport :**

La déformation plastique du joint s'effectue par déplacement des dislocations ( glissement et montée ) qui est régie par la loi d'ARRHENIUS :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}^0 e^{(\Delta G(\sigma^*) / KT)} \quad (6)$$

$\dot{\varepsilon}^0$  et  $\Delta G$  sont fonctions de la contrainte et de la température.

La température de déformation plastique doit être inférieure à la température d'équicohésion afin d'éviter une décohésion intergranulaire dans les métaux d'apport.

Il faut choisir un métal d'apport de telle sorte que sa température de fusion soit supérieure à la température d'utilisation maximale "Tu" et inférieure au minimum des deux températures "Tg" et "Ts".

Tg , Ts : la température de transformation de phase de la céramique et du substrat métallique.

Donc :  $T_u < T_f < T_g \text{ ou } T_s$  .

#### **b/ pression de vapeur saturante du matériau formant le métal d'apport à la température de liaison :**

Si les métaux d'apport présentent des oxydes stables, la formation de la jonction à l'interface céramique-joint se réalise sans les mécanismes d'évaporation-condensation.

Il faut éviter la formation d'une couche de caléfaction qui gênerait les mécanismes d'adhésion.

Pour cela, il faut que la pression de vapeur saturante ne soit pas trop importante ( Al, alliage d'Al, Pb.... ).

Par contre, dans le cas des métaux à oxydes instables, le phénomène d'évaporation-condensation participe à la formation de la liaison céramique-joint (Cu, Ag, Ni, Zn, ..... ).

La pression de vapeur saturante dans ce cas, ne doit pas être supérieure à  $10^{-10}$  torr à la température de liaison.

La figure 5 présente des courbes de pression de vapeur saturante en fonction de ( Td / Tf ), avec :

Td : température de déformation plastique du métal d'apport.

Tf : température de fusion du matériau constituant le métal d'apport.

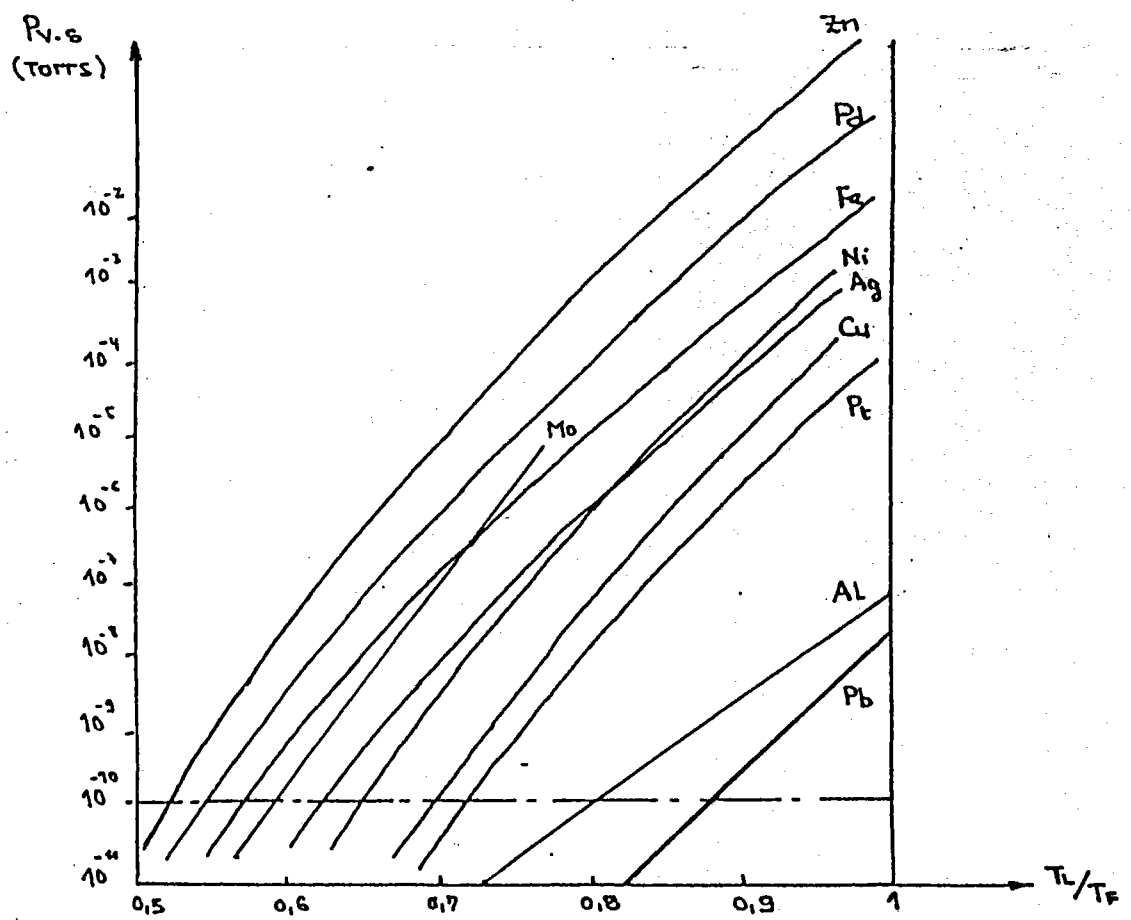


figure 5 : Pression de vapeur saturante en fonction de  $(T_d / T_f)$ .

### **c/ Electropositivité du métal ou alliage formant le métal d'apport vis-à-vis des éléments du substrat :**

Il faut éviter d'utiliser des métaux ou alliages susceptibles de former des composés définis ou intermétalliques avec les substrats à relier, car cela risque de fragiliser les jonctions aux interfaces de liaison.

Les phénomènes de corrosion sont favorisés par une différence importante d'électropositivité entre les matériaux (formation de couple électrochimique).

### **III-2 CONTRAINTE ET VITESSE DE DEFORMATION DU METAL D'APPORT :**

La contrainte de déformation du joint de liaison est fonction de :

- la nature du métal d'apport.
- la nature des oxydes présents sur la surface du métal d'apport.
- la géométrie du métal d'apport ( tableau III ).
- la morphologie des constituants ou phases présentes dans le métal d'apport.

Un métal ou alliage métallique est toujours recouvert d'une couche de son oxyde.

On définit le coefficient d'expansion de la couche d'oxyde par :

$$Y = \frac{\text{volume mole ( MO )}}{\text{volume atome gramme M}} \quad \text{qui est } > 1 \quad (7)$$

L'application d'une valeur de contrainte critique, provoque soit :

- la déformation plastique du film d'oxyde ou du métal substrat.
- ou
- la fissuration de la couche d'oxyde.

Donc en première approximation, on peut estimer que l'intensité des contraintes est proportionnelle au coefficient d'expansion de la couche d'oxyde /23/.

De plus la contrainte de déformation plastique du métal d'apport est d'autant plus faible que les métaux présentent des oxydes instables thermodynamiquement pour les conditions de liaison.

La vitesse de déformation plastique du métal d'apport est importante, parce que la couche d'oxydes formée ( pour les oxydes stables dans les conditions P et T de liaison ) crée une barrière de diffusion. Cette barrière empêche les réactions pouvant créer la liaison céramique-métal.

La contrainte de déformation et la vitesse d'application de celle-ci provoque la rupture de cette couche d'oxydes formée et crée des sites actifs de métal pur qui favorisent la liaison à l'interface céramique-métal d'apport /24/.

La déformation plastique s'effectue par déplacement des dislocations.

La densité de dislocations croit au cours de la déformation plastique du métal d'apport.

Si la vitesse de déformation plastique croit, la mobilité des dislocations devient faible par rapport à cette vitesse ( ancrage des dislocations ).

Pour un régime stationnaire SELLARS et TECART proposent la relation suivante :

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = B_t ( \text{sh } \alpha \sigma )^n$$

Avec :  $\alpha$  et  $n$  des constantes.

Si  $\sigma$  est faible,  $d\varepsilon/dt$  tend vers une loi parabolique.

Si  $\sigma$  est élevé,  $d\varepsilon/dt$  tend vers une loi exponentielle.

Le formalisme analytique de la distribution des contraintes en cours de déformation plastique du métal d'apport permet de distinguer trois zones de contrainte /25/ :

une zone de pression hydrostatique, une zone d'adhérence et un zone de friction ( voir ANNEXE III ).

Différentes conditions expérimentales de déformation plastique du métal d'apport sont présentées par le tableau III.

nature	géométrie du joint de thermocompression	contrainte de déformation (MPa)	température de liaison (°C)
aluminium	- torique	20	593
	- rectangulaire (feuilles)	40	593
plomb	torique	12	294
indium	torique	5	140
fer	rectangulaire (feuilles)	5	1385
cuivre	torique	15	979
nickel	torique	15	1300
platine	torique	3	1590

tableau III : contrainte de déformation du joint de thermocompression en fonction des matériaux et de la géométrie des joints /23/.

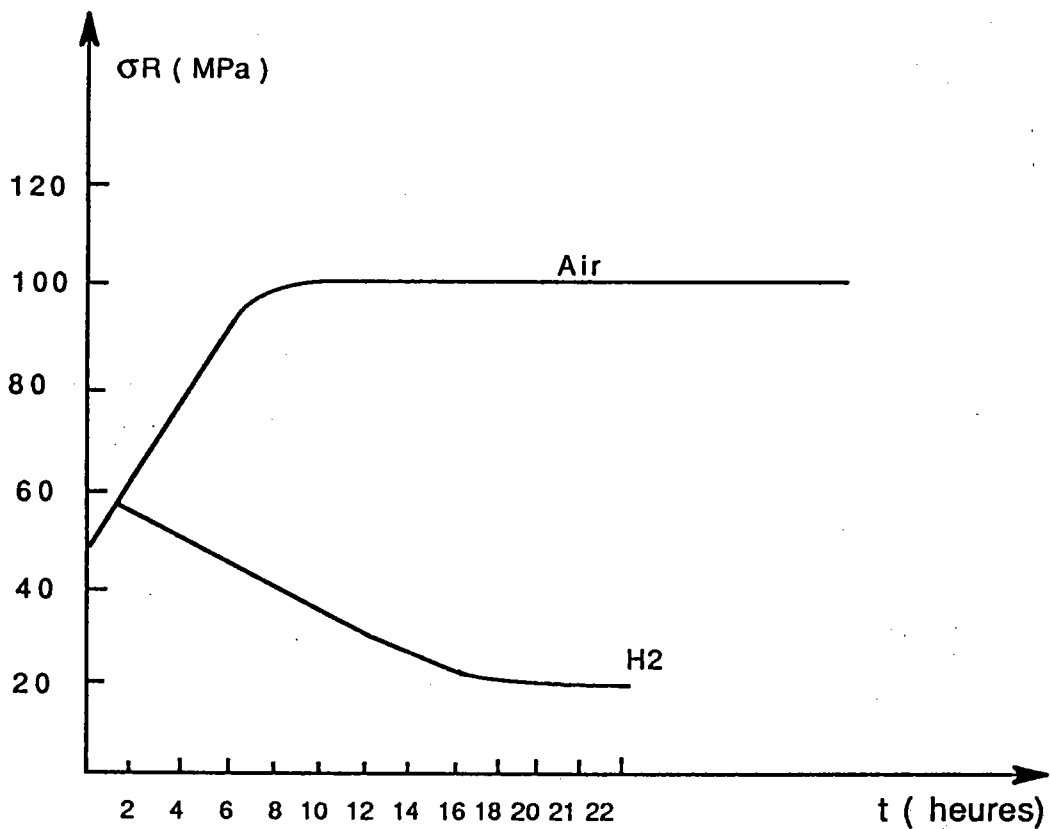


figure 6 : Influence du temps et de l'atmosphère sur la contrainte de rupture, cas du couple Pt / Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> /32/.



### III-3 INFLUENCE DE L'ATMOSPHERE :

Les composés formés aux interfaces, sont soit néfastes, soit bénéfiques pour l'adhésion. Donc, il faut prévoir les réactions qui peuvent se produire.

On distingue deux natures de réactions, en fonction de l'atmosphère /27-28-29/, et de la nature des matériaux en présence :

- réactions donnant lieu à la formation de composés définis ou solutions solides /30/.

- réactions d'oxydo-réduction, d'échange, ou d'addition, créant des oxydes mixtes ou phase spinelle.

Par exemple, lors de la réalisation de la liaison,  $Ta_2O_5 / Al_2O_3$ , l'oxyde de tantale réagit avec l'alumine pour générer la phase spinelle  $TaAl_xO_y$  /31/.

L'oxygène se trouve soit dans l'atmosphère ( il est important pour les métaux à oxyde instable ), soit adsorbé sur les surfaces ou dissout dans les matériaux.

Si la concentration en oxygène est faible, l'adhésion peut devenir nulle.

Une quantité d'oxygène dissout aux joints de grains ne participe pas à la réaction.

La contrainte de rupture évolue en fonction de la nature de l'atmosphère, du temps de maintien pour une température précise figure 6, de la rugosité des surfaces céramiques et de la loi de comportement mécanique des phases formées à l'interface.

Certaines impuretés présentent une affinité importante vis-à-vis de l'oxygène.

Un recuit peut engendrer une ségrégation superficielle d'éléments d'addition présentant une affinité pour l'oxygène plus importante par rapport à la matrice de la céramique ou à certains éléments du métal d'apport.

### **III-4 INFLUENCE DE LA RUGOSITE DES SURFACES ET DU PALIER THERMIQUE A LA TEMPERATURE DE LIAISON SOUS LA CONTRAINTE DE DEFORMATION DU METAL D'APPORT :**

#### **a/ influence du palier thermique :**

Le palier thermique est fonction de la cinétique de réaction, il peut varier entre une minute et plusieurs heures. A noter qu'un temps court ( il peut être nulle ) est suffisant lorsqu'il y'a uniquement adhésion mécanique.

Dans une certaine limite, la contrainte de rupture croit quand le temps de maintien croit. Ceci dépend évidemment de la loi de comportement mécanique des composés formés et de la profondeur de la zone de réaction. Il est souvent observé une diminution de la contrainte de rupture pour une durée importante de palier .

#### **b/ influence de la rugosité :**

La rugosité des surfaces modifie le processus de déformation du joint métallique.

Au cours de la déformation plastique du métal d'apport, celui-ci s'ancre dans les interstices générés par les aspérités de surface et bouche ceux-ci.

De ce fait, le fluage du joint diminue localement, ce qui entraîne une diminution des sites actifs de métal pur formés par la rupture de la couche d'oxyde présente sur la surface du métal d'apport.

L'adhésion s'effectue préférentiellement sur les sommets des défauts. Il se produit donc, une compression des défauts les plus élevés, et un effort de traction pour les défauts de basse altitude.

La rugosité de la surface joue un rôle sur la contrainte de rupture. Des résultats expérimentaux de certains auteurs sont présentés tableau IV.

couple	température de thermocompression (°C)	contrainte de déformation du joint	atmosphère	Etat de surface	Contrainte de rupture (MPa)
			vide	sablage	18
			10-6 torr	polissage	30
ZrO2/Al/ Nimonic 80A	610	12,5	vide	rectification	17,5
			10-2 torr		
			Ar-H2 90-10	sablage	67
			1 torr	polissage	88
			vide	sablage	25
			10-6 torr	rectification	42
SiAlON/Al/ Nimonic 80A	610	12,5	vide 10-2 torr	rectification	30
			Ar-H2 90-10	sablage	76
			1 torr	polissage	82
			vide	sablage	2
			10-6 torr	polissage	3,5
Si3N4/Al/ Nimonic 80A	610	12,5	vide	rectification	1,8
			10-2 torr		
			Ar-H2 90-10	sablage	2,4
			1 torr	polissage	1,2

tableau IV : Influence de l'atmosphère de liaison et de la rugosité de surface de la céramique sur la contrainte de rupture / 33 /.

## IV SOUDAGE-DIFFUSION

### IV-1 GENERALITES :

Le soudage diffusion et la thermocompression sont des technologies qui permettent de réaliser une liaison homogène ou hétérogène ou hybride entre deux matériaux à l'état solide.

L'absence de la transformation solide-liquide est bénéfique à la qualité métallurgique de la liaison; d'où l'intérêt d'une recherche approfondie dans ce domaine ou dans le développement de la thermocompression.

Les phénomènes de diffusion régissent la cinétique d'un grand nombre de processus métallurgiques, particulièrement les transformations de phases, à l'exception des transformations de type martensitique /34/.

### IV-2 PARAMETRE A PRENDRE EN COMPTE LORS DU SOUDAGE-DIFFUSION :

La réalisation d'une liaison nécessite de connaître les facteurs d'influence et d'optimiser les principaux paramètres du mode opératoire ( température, temps, pression, rugosité, accommodation des surfaces ) en fonction des propriétés physico-chimiques et caractéristiques mécaniques des matériaux à assembler.

Nous avons apporté des informations complémentaires aux tableaux V et VI établis par Y. DURIEUX et M. HOURCADRE /35/. Ces tableaux montrent l'influence des différentes propriétés des matériaux sur le choix des paramètres opératoires, et l'influence de ceux-ci sur la qualité du joint soudé.

L'organigramme établi dans le but d'optimiser les conditions de soudage diffusion montre bien les différentes étapes qui doivent être suivies pour réaliser une liaison présentant des caractéristiques optimales ( figure 7 ).

#### **a/ paramètres de soudage-diffusion en fonction des matériaux:**

Pour pouvoir réaliser un joint soudé de bonne qualité, il faut :

- analyser les aspects thermodynamiques définissant l'équilibre des phases en présence pour les matériaux considérés ( diagrammes d'équilibres de phases binaires ou ternaires ) à la température de soudage-diffusion.
- la nature physico-chimique des matériaux.
- les coefficients de dilatation.
- le module de young.
- les oxydes susceptibles de se former en surface. La présence de ceux-ci joue le rôle de barrière de diffusion.
- les lois de comportement mécanique du substrat en fonction de la température.

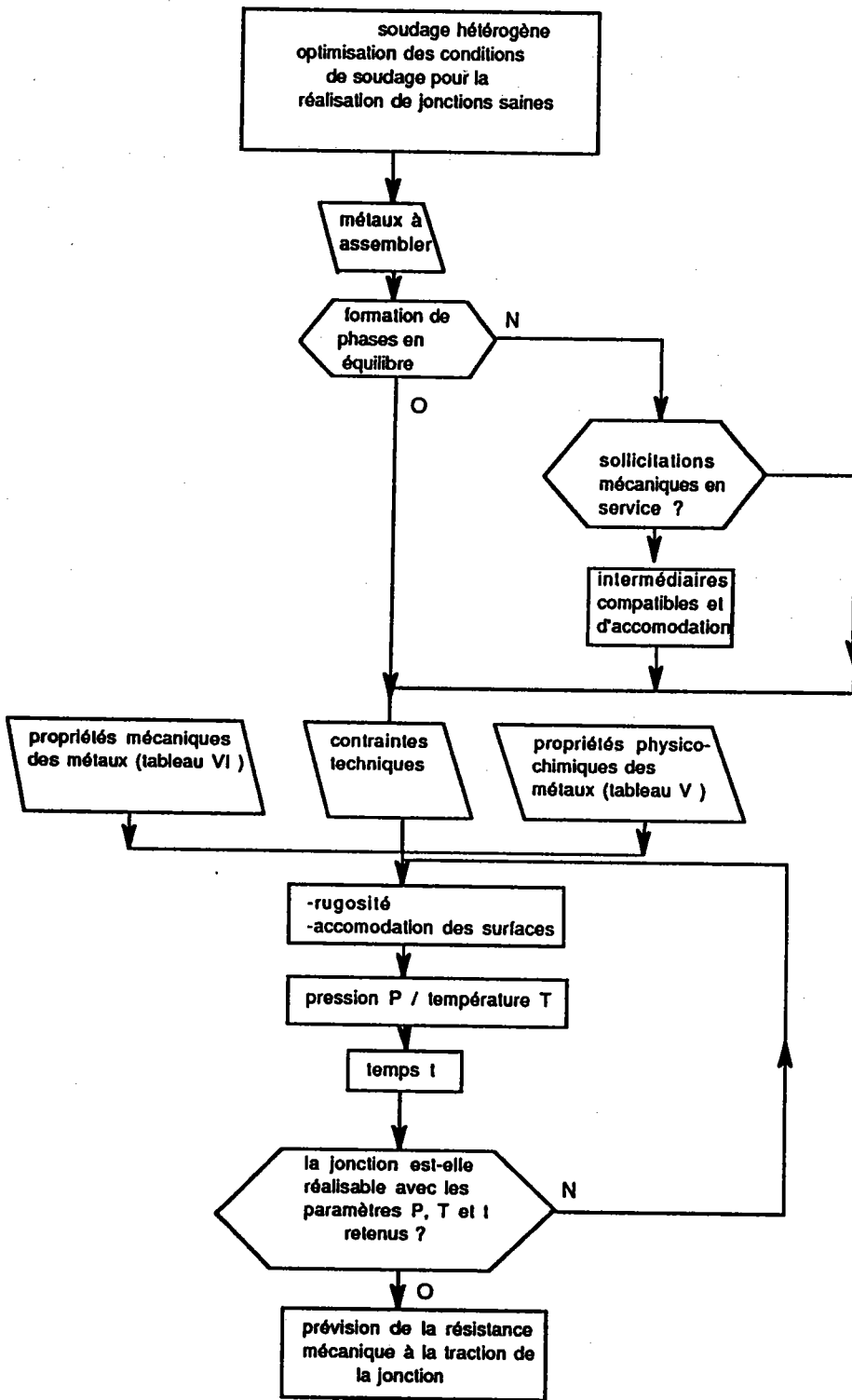


figure 7 : ORGANIGRAMME /35/

caractéristique à prendre en compte	les caractéristiques considérées interviennent sur	difficultés à prévoir en soudage-diffusion
coefficient de dilatation	<ul style="list-style-type: none"> <li>- jeu d'assemblage, accostage à Ts *</li> <li>- les contraintes internes au refroidissement.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- absence de contact si la géométrie est favorable.</li> <li>- contraintes résiduelles</li> <li>- déformation, fissuration ( rupture post soudage )</li> </ul>
température de fusion	le choix de la température soudage-diffusion	soudage en plusieurs étapes envisageable
coefficient de diffusion	<ul style="list-style-type: none"> <li>- la cinétique de soudage</li> <li>- l'effet KIRKENDALL</li> <li>- profondeur de la zone de réaction</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- paramètres de soudage élevés si cinétique lente</li> <li>- porosités KIRKENDALL</li> </ul>
stabilité des oxydes	l'établissement du contact physique et de la liaison métallique	- non contact, défauts résiduels
solubilité de l'oxygène dans le métal	la dissolution de l'oxygène superficiel	frein à la diffusion, défauts résiduels si faible solubilité
température de recristallisation	<ul style="list-style-type: none"> <li>- la cinétique de soudage à l'interface</li> <li>- modification de la texture des substrats</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- fragilisation du métal de base pour certains métaux</li> <li>- grossissement du grain</li> </ul>
transformations allotropiques	<ul style="list-style-type: none"> <li>- les propriétés mécaniques Re et le coefficient de diffusion de chaque phase à la Ts *</li> <li>- dimension et orientation du grain après soudage</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- déformation des pièces (contraintes internes éventuelles )</li> <li>- grossissement et orientation du grain</li> </ul>
texture	<ul style="list-style-type: none"> <li>- coefficient de diffusion</li> <li>- choix de Ts *</li> <li>- profondeur de la zone de réaction</li> <li>- loi de comportement mécanique en service</li> <li>- accomodation des contraintes résiduelles</li> </ul>	- fragilisation de la liaison

\* Ts : Température de soudage diffusion

tableau V : PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES

propriétés à prendre en compte	les propriétés considérées interviennent sur	difficultés à prévoir en soudage-diffusion
Module d'Young ( fonction de Ts*)	la déformation élastique des pièces	manque de contact physique sur une grande distance si E est très grand et P insuffisante ( fonction de l'ajustement des pièces )
Limite d'élasticité (Re) en compression (fonction de Ts*)	la déformation plastique à l'interface	défauts de contact physiques répartis si Re très grand et P insuffisante
Résistance au fluage ( fonction de Ts*)	la déformation de la pièce finie	déformation, pièce hors tolérance si P trop élevée

\* Ts : température de soudage-diffusion

tableau VI : PROPRIETES MECANQUES

- la texture des substrats qui peut jouer un rôle important sur les propriétés élastiques, les caractéristiques mécaniques des liaisons, l'accommodation des surfaces, le coefficient de diffusion des éléments contenus dans les métaux de base et sur l'énergie générée par les contraintes résiduelles.

#### **b/ paramètres liés à la préparation des échantillons :**

La préparation des échantillons a une très grande importance.

On distingue deux types de préparations:

#### **b-1 préparation des surfaces dans lesquelles apparaissent :**

- La rugosité des surfaces, qui semble avoir une influence sur les propriétés mécaniques de la jonction /36/.

Elle empêche un contact physique complet à l'interface sous une pression limitée /37/.

Afin de présenter une planéité optimale, la surface doit subir un polissage très fin.

- Le dégraissage et le décapage des surfaces afin d'éliminer les contaminants (graisses, oxydes.....) qui peuvent jouer le rôle de barrière de diffusion, donc perturber la formation du joint soudé.

- La relaxation d'énergie élastique issue des déformations liées aux contraintes résiduelles.

#### **b-2 nature de la configuration d'assemblage :**

- géométrie du plan de joint soudé.
- géométrie de la pièce.

#### **c/ PARAMETRES TECHNOLOGIQUES :**

Ce sont des paramètres qui dépendent de la nature des substrats à assembler et des conditions de sollicitations fonctionnelles.

On trouve :

- la température de liaison.
- l'atmosphère.
- le cycle thermique de soudage-diffusion ( vitesse de chauffage, température de soudage, palier thermique à  $T_s$  et la vitesse de refroidissement ).
- l'amplitude et le cycle d'application de la charge sur l'assemblage.



### **IV-3 ETUDE DES MECANISMES D'ADHESION AUX INTERFACES DE LIAISON :**

#### **a/ introduction :**

D'après les tableaux V et VI, on dénombre de nombreux mécanismes qui participent à la formation du joint soudé obtenu selon la technique de soudage par diffusion.

Actuellement, il n'existe pas de modélisation précise qui permette de prévoir et de contrôler la nature physico-chimique et structure cristallographique de l'interface du couple céramique-métal.

Mais, toutefois, on peut définir ces mécanismes selon deux groupes :

- groupe d'origine physico-chimique ( liaison réactive , adhésive ou cohésive ) :

\* avec transport de matière :

on y trouve : - la diffusion qui comprend :

- . la diffusion en surface .
- . la diffusion intergranulaire.
- . la diffusion en volume ( formation de solution solides ).
  
- . l'évaporation-condensation.

\* sans transport de matière :

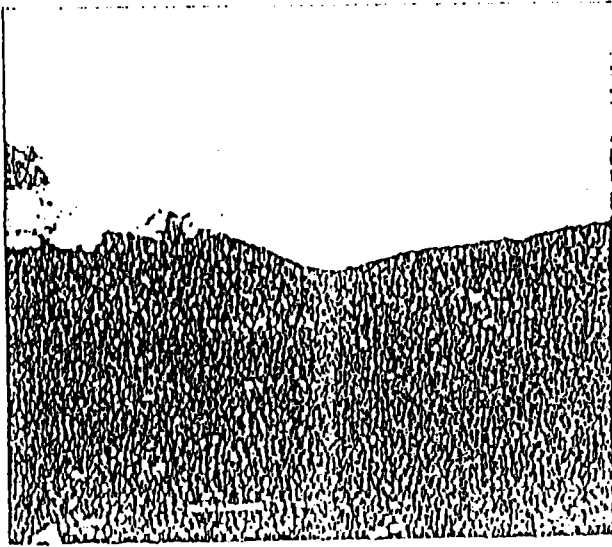
- liaison électronique ( liaison non réactive - adhésive, cohésive ).
- réaction chimiques d'additions ou d'échanges.
- réactions d'oxydo-réduction.
- liaison mécanique par frottement ( contrainte de cisaillement , force de VAN DER WAALS ).

- groupe d'origine mécanique :

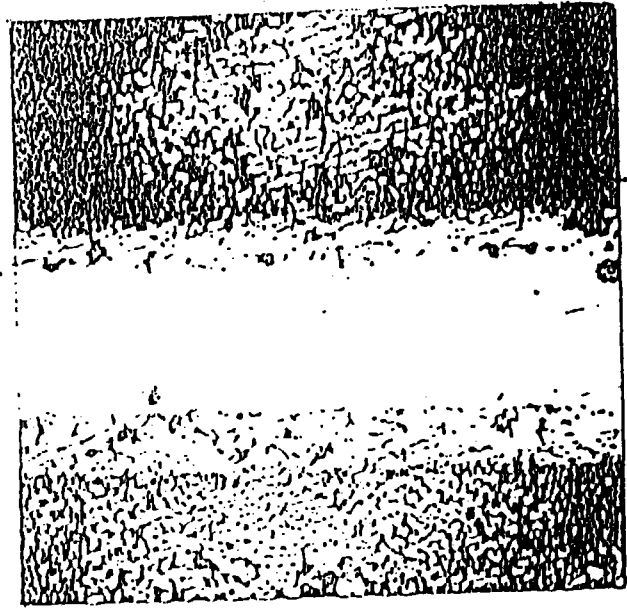
- frottement, insertion à la coulée.

#### **b/ mécanisme d'origine mécanique ( liaison non réactive adhésive non cohésive ) :**

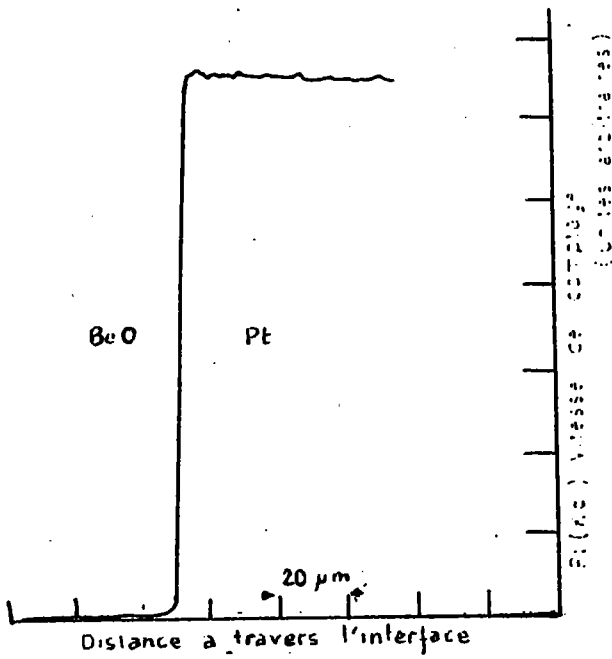
Après mise en contact des deux surfaces à relier, et sous l'action simultanée de la charge appliquée et du cycle thermique de soudage, trois étapes peuvent être observées :



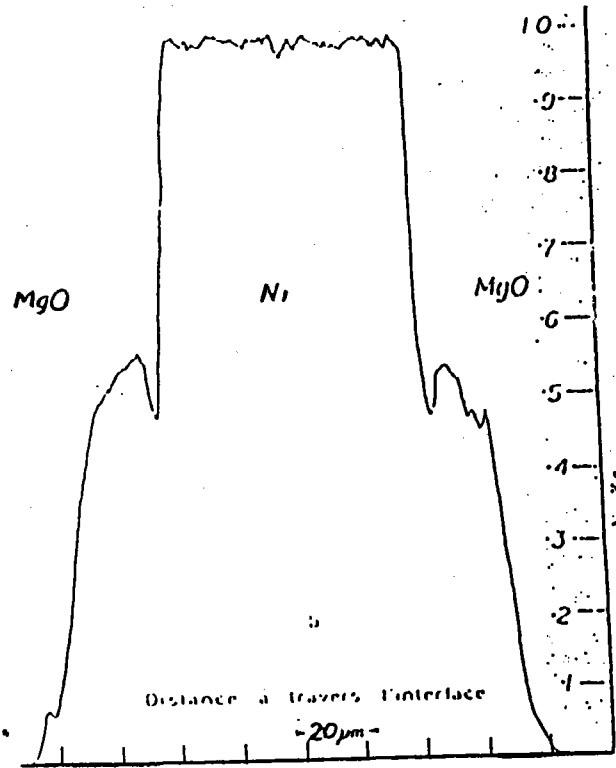
Micrographie optique de BeO / Pt



Micrographie optique de Ni / MgO



Répartition du Pt ( $K\alpha$  du Pt)  
 1500°C - 17 heures dans le vide  
 figure 8 : interface céramique-métal  
 absence de 3<sup>ème</sup> phase et de diffusion.



Répartition du Ni (trace  $K\alpha$  du Ni)  
 1100°C - 16 heures dans l'air  
 figure 9 : interface céramique-métal  
 présence d'une 3<sup>ème</sup> phase./38/

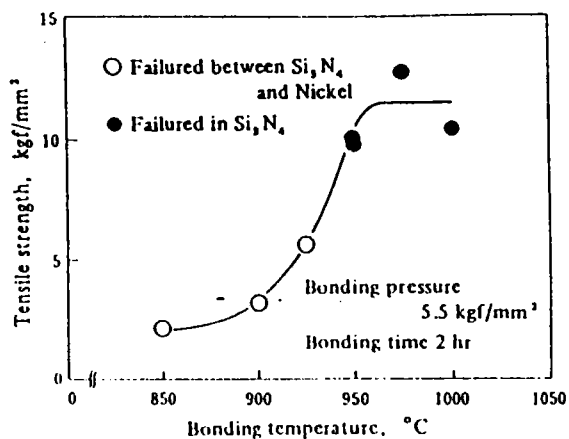


figure 11 : Influence de la température sur la contrainte de rupture en traction d'un assemblage HP Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> / Ni / Nimonic 80A.

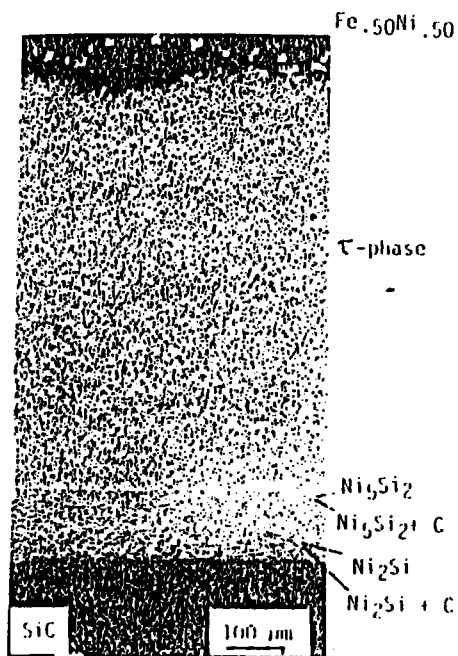


figure 10 : Interface céramique-métal comportant plusieurs phases

### **1- déformation des aspérités issues de l'état de rugosité des surfaces :**

La rugosité influence la vitesse à laquelle peut se réaliser le contact physique /36/.

### **2- fluage des défauts de surface :**

La loi de fluage est :

$$\dot{\epsilon} = A r^n \exp\left(\frac{-Q_c}{RT}\right) \quad (18)$$

$\dot{\epsilon}$  : vitesse de fluage.

$Q_c$  : énergie d'activation propre au mécanisme de fluage.

$r$  : contrainte statique appliquée.

$T$  : la température.

$n$  et  $A$  : constantes.

**3- la recristallisation dynamique, puis statique peut intervenir dans le processus de la formation du joint soudé. A partir d'une certaine température, on assiste également à la migration des joints de grains du substrat métallique.**

Remarques :

- le temps nécessaire à la réalisation du contact physique peut être de l'ordre de quelques minutes en fonction de la rugosité et du couple choisi.

- l'augmentation de la densité de dislocation favorise les phénomènes de diffusion et de recristallisation ( courts-circuits de diffusion ) .

### **c/ mécanismes d'origine physico-chimique :**

#### **c-1 introduction :**

Plusieurs processus peuvent participer à la liaison, soit de façon successive ou simultanée.

Les conditions thermodynamiques, la configuration électronique et structurale des matériaux en présence , en général l'état physico-chimique des surfaces et des matériaux favorisent un processus ou un autre.

On observe deux étapes de liaisons:

- liaisons non réactives :

qui ne présentent pas de composés intermédiaires à l'interface de liaison, figure 8.

Ce type de liaison, présente d'excellentes caractéristiques mécaniques.

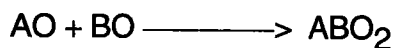
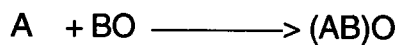
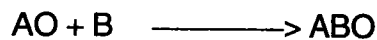
On rencontre ce type d'interface entre céramique et métaux nobles.

- liaisons réactives :

observées lors de l'assemblage entre céramique et métaux actifs. Elles présentent une ou plusieurs phases à l'interface céramique-métal ( figures 9 et 10 ) dont les structures ont une grande importance sur les propriétés mécaniques.

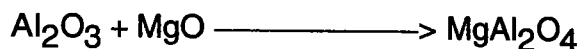
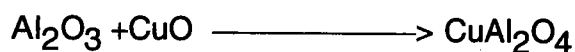
### **c-2 mécanismes de réactions :**

Les réactions d'additions sont du type :



plusieurs auteurs ont montré la formation d'une phase spinelle ( $AB_2O_4$ ).

Exemples :

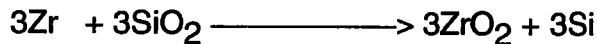
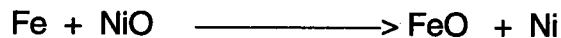


La vitesse de formation de la phase spinelle est régie par la mobilité des ions dans cette phase.

### **c-3 réactions d'échanges :**

Elles existent lorsque les métaux présentent une grande affinité envers l'oxygène.

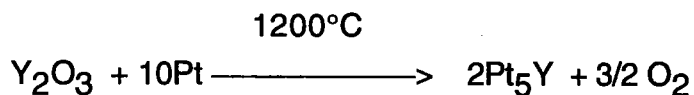
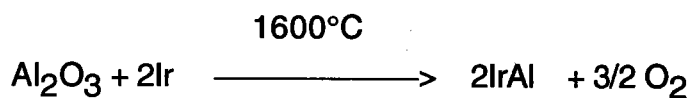
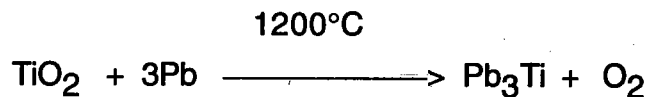
Exemples :



#### c-4 réduction du cation de la céramique :

Dans ce cas il existe une corrosion de la céramique qui conduit à la formation de phases intermétalliques.

Exemples :



Ces phases intermétalliques sont souvent fragiles. Il présentent des propriétés mécaniques faibles.

#### c-5 évaporation-condensation :

Elle se produit en général, pour des températures proches du point de fusion du substrat métallique. Ce phénomène peut également se produire pour la céramique ceci en fonction des condition thermodynamiques.

### IV- FACTEURS D'INFLUENCE :

Différents paramètres influent sur la qualité des liaisons :

#### a/ Température de liaison :

Elle est comprise entre 0,5 et 0,9 Tf ( en moyenne 0,7 Tf; Tf est la température de fusion du matériau de plus bas point de fusion ). Cette température favorise les mécanismes physico-chimiques, et active le fluage des défauts de surfaces.

Des contraintes résiduelles apparaissent lors du refroidissement (figure11). Ceci est dû a la différence de module élastique, de coefficients de dilatation et de raideur qui existent entre les matériaux de base.

### **b/ Cycle thermique et durée du palier à la température de liaison :**

Le recuit de détensionnement des substrats est conseillé avant l'assemblage, afin de relaxer au maximum les contraintes résiduelles engendrées par les opérations antérieures ( usinage... ).

Pour éviter les chocs thermiques au niveau de la céramique, le refroidissement doit être parfaitement contrôlé.

### **c/ Atmosphère ambiante :**

La figure 6 montre l'influence de l'atmosphère et celle de la durée du palier thermique sur la contrainte de rupture en cisaillement de l'assemblage Pt / Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Donc, le milieu doit être compatible avec les matériaux à assembler.

### **d/ Charge appliquée sur l'assemblage :**

Elle est fonction essentiellement de la rugosité , la planéité des surfaces à assembler , de la configuration géométrique de l'assemblage et des propriétés mécaniques des métaux de base à la température de soudage diffusion.

Elle s'applique dès le début du cycle thermique. elle est soit uniaxiale, soit isostatique.

### **e/ Configuration géométrique de l'assemblage :**

Vue la différence des coefficients de dilatation entre les deux familles de matériaux ( tableau VII et figure 12 ), les contraintes résiduelles générées lors de l'assemblage sont provoquées :

- soit par la contraction différentielle des substrats céramiques et métalliques lors de l'assemblage.

- soit, par la naissance de composés définis ou phases intermétalliques à l'interface ( notons que les composés formés peuvent jouer le rôle inverse dans certains cas, favoriser la relaxation des contraintes en fonction de la loi de comportement mécanique de ceux-ci ).

L'énergie élastique stockée à l'interface et dans la céramique est :

- soit absorbée par accommodation plastique locale du substrat métallique et de l'interface de liaison ( quand la loi de comportement mécanique le permet ).

- soit, elle se libère brutalement en participant à la propagation d'un défaut contenu dans la céramique présentant une dimension supérieure à la dimension critique de défaut.

Pour remédier à ces problèmes, on utilise des multicouches de compliance qui sont susceptibles d'absorber en partie l'énergie élastique issue des contraintes résiduelles. Cette énergie est stockée à l'interface de liaison et dans la céramique, ceci en fonction de la loi de comportement mécanique des matériaux constituant le multicouche de compliance lors du cycle de refroidissement ( plastique, élasto-plastique et élastique ) / 41 /.

## **V- CONCLUSION :**

Les différents types d'assemblages rencontrés dans cette première partie nous montrent qu'il faut tenir compte de plusieurs paramètres lors de la réalisation de ces assemblages: les paramètres technologiques ( température de liaison, atmosphère, cycle thermique....) et les paramètres dépendant des matériaux mis en présence ( nature physico-chimique des matériaux , module de young, coefficient de dilatation, lois de comportement mécanique des substrats en fonction de la température,.....). Donc le choix des couples doit être très rigoureux.

Les réactions pouvant avoir lieu lors des assemblages sont de différentes natures. Plusieurs processus peuvent intervenir soit de façon successive, soit de façon simultanée ( diffusion, réactions d'oxydo-réduction, réaction d'addition ou d'échange, liaisons électronique....).Donc l'interface de liaison est plus ou moins complexe et on pourrait se heurter à plusieurs obstacles lors de notre étude expérimentale (contraintes résiduelles, non uniformité de la répartition des différentes phases,.....).



matériaux	coefficients de dilatation linéaire moyen ( $\cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ )
Cu	16,5 à 17
Ti	11
Acier	10,9 à 12,3
Nb	8,1
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	8 à 8,8
SiC	4,3 à 4,8
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	3,2 à 3,4

tableau VII : Coefficients de dilatation linéaire moyen de quelques matériaux ( mesurés à 25°C ) /42/

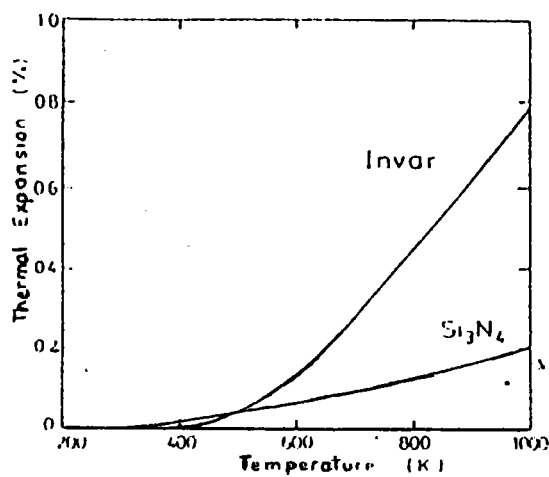


figure 12 : courbes de dilatation linéaire en fonction de la température pour Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> et Invar (Fe<sub>32</sub>Ni<sub>5</sub>Co<sub>63</sub>). /43/

## DEUXIEME PARTIE

## **INTRODUCTION :**

Nous nous intéressons dans cette étude expérimentale aux trois méthodes d'assemblages ( la thermocompression, le brasage réactif et le soudage diffusion ).

- La thermocompression où la déformation plastique à chaud de l'aluminium pourrait induire des orientations préférentielles dans le métal d'apport.

- Le brasage où le gradient thermique pourrait induire des textures dans les phases, en considérant les anisotropies du point de vue de la diffusion des métaux texturés présentant une basse symétrie.

-Le soudage diffusion où la diffusion dans un métal de basse symétrie est anisotrope, la texture peut induire une croissance plus ou moins rapide et orientée des phases à l'interface.

Pour caractériser ces différents paramètres, on a procédé d'abord à des observations métallographiques des différentes couches à l'interface de liaison, puis à une analyse de la répartition des éléments à l'interface des liaisons par microsonde à énergie dispersive et à la mise en évidence des phases qui naissent à l'aide des diagrammes de diffraction des rayons X ( diagramme  $\theta-2\theta$  ) et enfin à la mesure de la texture des phases formées ou des alliages déformés. Ces mesures des textures des phases ont été réalisées suivant deux méthodes, en fonction des différents problèmes rencontrés à l'interface des assemblages :

- 1- des figures de pôles obtenues à l'aide d'un goniomètre de texture.
- 2- des mesures d'orientations individuelles obtenues à l'aide des diagrammes de KIKUCHI.

De ces paramètres nous tirerons une conclusion sur les différentes investigations réalisées pour l'étude des assemblages et les paramètres qui peuvent modifier ces interfaces.

## I- ELABORATION DES ECHANTILLONS

Les liaisons céramiques-métaux ont été réalisées par M<sup>r</sup> LASCAR.G.

Dans ce paragraphe nous allons présenter :

- les matériaux de base et d'apport utilisés,
- les différentes propriétés ( physiques, chimiques et mécaniques ) de ces matériaux,
- les traitements avant l'assemblage,
- les paramètres d'assemblage.

Ils seront précisés pour chaque technique d'assemblage :

- brasage
- thermocompression
- soudage-diffusion.

## **1- BRASAGE**

### **1-1 MATERIAUX UTILISES:**

#### **a/ CERAMIQUE:**

L'échantillon , zircone-alumine (  $ZrO_2+Al_2O_3$  ), utilisé est un parallélépipède de section carrée de 10 mm de côté, fourni par la société CERAMIQUES ET COMPOSITES.

Les caractéristiques physiques et mécaniques sont présentées dans le tableau VIII .

#### **b/ METAUX DE BASE :**

Il s'agit de tôles en titane, zirconium et zircaloy, sous forme de parallélépipède à section carrée de 15 mm de côté et 1mm d'épaisseur, leur texture présente soit un pôle transversal , soit un pôle central.

Ces tôles, laminées et recristallisées, ont été utilisées afin d'analyser l'influence de la texture sur les réactions développées dans les zones de liaison joints brasés / substrats métalliques.

Les différentes tôles sont :

Ti	pôle transversal
Ti 35	pôle central
Zr	pôle transversal
Zy	pôle transversal
Zy	pôle central.

Les propriétés physiques et mécaniques de ces métaux ou alliages sont présentées dans le tableau IX .

Les textures initiales sont présentées par les figures 23 et 24.

#### **c/ METAUX D'APPORT :**

Deux métaux d'apport ont été utilisés, ce sont des alliages à base d'argent de référence ticusil et cusilaba ( fournisseur WESGO où DEGUSSA ), ces métaux se présentent sous forme de feuillard d'épaisseur 0,1mm . Ils sont découpés aux dimensions de la surface de brasage.

La composition chimique, les caractéristiques physiques et mécaniques sont données par le tableau X .

## **1-2 PREPARATION DES SURFACES :**

### **a/ CERAMIQUE :**

La zircone-alumine ( $ZrO_2+AL_2O_3$ ) a été dégraissée selon différents traitements de surface:

Dégraissage dans un solvant chloré (Fréon T.M.C ) avec agitation ultrasonique pendant cinq minutes, à la température ambiante .

Dégraissage chimique dans une solution saponifiante :

soude 20 g/l  
carbonate disodique 20 g/l  
phosphate trisodique 40 g/l  
silicate de sodium 20 g/l  
température 80°C  
durée 30 mn  
rinçage dans l'eau et dans l'éthanol .

### **b/ METAUX DE BASE :**

Après polissage mécanique (voir mesure de rugosité figure 13 ), les substrats en titane, zirconium et zircaloy sont préparés dans les conditions suivantes :

Recuit sous vide à la température de 700°C pendant trente minutes.  
Dégraissage dans un solvant organique( acétone) , puis dans l'éthanol avec agitation dans une cuve à ultrasons pendant cinq minutes à la température ambiante.

Décapage dans une solution constituée d'un mélange d'acides (acide nitrique 40% en volume + acide fluorhydrique 20% en volume dans de l'eau distillée ) pendant dix secondes.

Rinçage à l'eau et dans l'éthanol.

### **c/ METAUX D'APPORT :**

Ils sont nettoyés à l'aide d'un solvant chloré (Fréon T.M.C ) dans une cuve à ultrasons pendant cinq minutes , à la température ambiante , puis décapés dans une solution d'acide nitrique dilué à 5% en volume dans l'eau, pendant 5 minutes.

Un rinçage dans l'eau et dans l'éthanol est ensuite effectué .

## **1-3 CONDITIONS EXPERIMENTALES DE BRASAGE :**

La rugosité des matériaux de base est mesurée à l'aide d'un palpeur mécanique (marque HOMMEL TESTER ).

La valeur de Ra est comprise entre 0,21  $\mu m$  et 0,78  $\mu m$  pour les céramiques et 0,26  $\mu m$  à 0,48  $\mu m$  pour les métaux de bases, voir figures 13 et 14.

Les couples céramique-métaux se présentent comme l'indique la figure 15.

Le brasage est réalisé dans un four sous vide à parois froides .

### **PARAMETRES DE BRASAGE :**

La contrainte appliquée sur la surface de brasage est comprise entre  $2 \cdot 10^{-3}$  MPa et  $5 \cdot 10^{-3}$  MPa.

Le cycle thermique est différent en fonction de la composition chimique du métal d'apport.

- métal d'apport Ag-Cu-Ti ( Ag 62,94%; Cu 35,4%; Ti 1,66% )  
référence fournisseur : CUSILABA

vitesse de chauffage (20°C-750°C) :  $9^{\circ}\text{C}.\text{mn}^{-1}$   
palier thermique : 750°C- 30 mn

vitesse de chauffage (750°C-840°C) :  $3^{\circ}\text{C}.\text{mn}^{-1}$   
température de brasage (Tb) : 840°C  
palier à Tb : 20 mn

vitesse moyenne de refroidissement

(840°C-340°C) :  $-4^{\circ}\text{C}.\text{mn}^{-1}$

(340°C-100°C) :  $-1^{\circ}\text{C}.\text{mn}^{-1}$

pression dans le four :  $10^{-4}$  Pa -  $1,5 \cdot 10^{-2}$  Pa .

- métal d'apport Ag -Cu-Ti ( Ag 68,8%; Cu 26,7%; Ti 4,5% )  
référence fournisseur : TICUSIL

vitesse de chauffage (20°C-800°C) :  $11^{\circ}\text{C}.\text{mn}^{-1}$   
palier thermique : 800°C- 35 mn

vitesse de chauffage (800°C-900°C) :  $5^{\circ}\text{C}.\text{mn}^{-1}$   
température de brasage (Tb) : 900°C  
palier à Tb : 7 mn

vitesse moyenne de refroidissement

(900°C-380°C) :  $-5^{\circ}\text{C}.\text{mn}^{-1}$

(380°C-80°C) :  $-1^{\circ}\text{C}.\text{mn}^{-1}$

pression dans le four  $5 \cdot 10^{-4}$  Pa -  $1,5 \cdot 10^{-2}$  Pa.

caractéristiques	ZrO <sub>2</sub> + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
$\alpha$ ( $10^{-6}$ K <sup>-1</sup> ) de 200 à 800°C	6
dureté (GPa)	18
résistance à la flexion 4 points $\sigma_B$ (MPa)	850
module de Weibull (m)	10
résistance à la traction $\sigma_T$ (MPa) (calculée)	746
résistance à la compression $\sigma_c$ (MPa)	3000
coefficient de poisson ( $\mu$ )	0,25
facteur d'intensité critique de contraintes K <sub>IC</sub> (MPa $\sqrt{m}$ )	9
module de Young (GPa)	200
coefficient de frottement ( $\mu$ )	0,18

Contrainte de rupture équivalente pour une sollicitation en traction

$$\sigma_T = (m+2 / 4(m+1))^{1/m} \sigma_B$$

$\sigma_B$  : contrainte de rupture pour une sollicitation en flexion

Tableau VIII : caractéristiques physiques et mécaniques de la Zircone-Alumine /44/



métal de base	Re 0,2% (MPa)	Rm (MPa)	A %	E (GPa)	$\alpha$ 10 $\kappa$ 0-500°C	coefficient de poisson ( $\mu$ )	dureté HV (MPa)
Titane T35 (recuit)*	295 à 400	$\geq 409$	~41,9	~115	8,4-10	~0,30	1260
Zirconium et Zircaloy 2 (recuit)*	246 à 400	$\geq 300$	25	~96	~7,3	~0,30	1800-2100

Nota : \* Valeurs moyennes pour lesquelles le sens de prélèvement des éprouvettes et les effets de texture ( anisotropie générée par laminage ) ne sont pas considérés.

Le coefficient de dilatation du zirconium et de l'alliage zircaloy2 est déterminé par la relation (0-600°C).

axe c :  $2,418 \cdot 10^{-6} + (0,01249 \cdot 10^{-6}) T^{\circ}\text{C}$

axe a :  $5,357 \cdot 10^{-6} + (0,00109 \cdot 10^{-6}) T^{\circ}\text{C}$

$$\alpha = (\alpha_c + \alpha_a) / 2$$

tableau IX : caractéristiques physiques et mécaniques des métaux de base titane, zirconium et alliages / 44 /.

composition chimique en %	solidus (°C)	liquidus (°C)	(20-500°C) 10 K	$\mu$	E GPa	Re 0,2% MPa	Rm MPa	A %
Ag-Cu-Ti (63-35,4-1,6)	780	815	18,5	0,36	83	271	346	20
Ag-Cu-Ti (68,8-26,7-4,5)	830	850	19,7	0,38-0,36	83	--	--	--

dureté : 1100 MPa

tableau X : caractéristiques physiques et mécaniques des métaux d'apport /44/

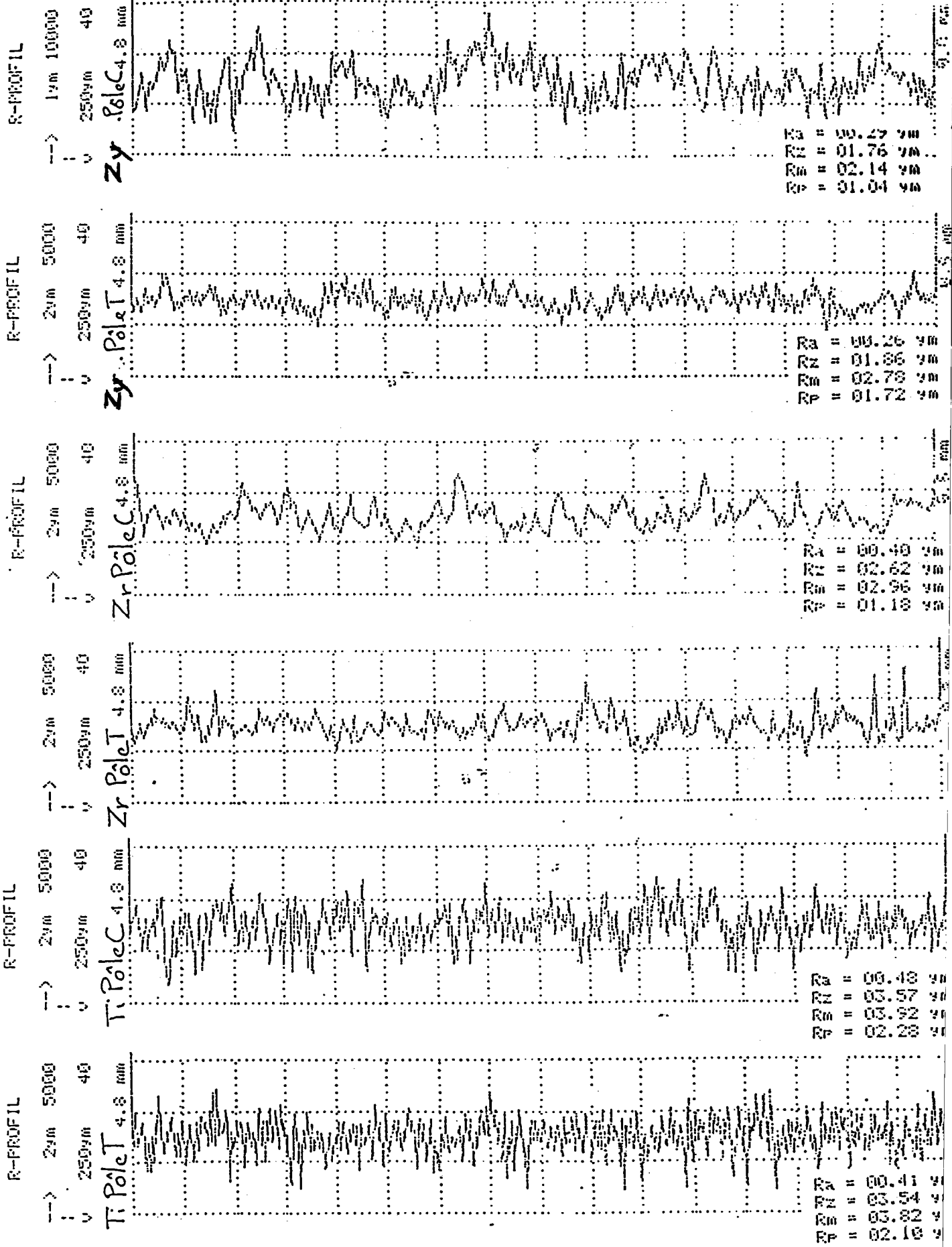


figure 13 : Profil de rugosité des substrats métalliques /44/.

R-PROFIL

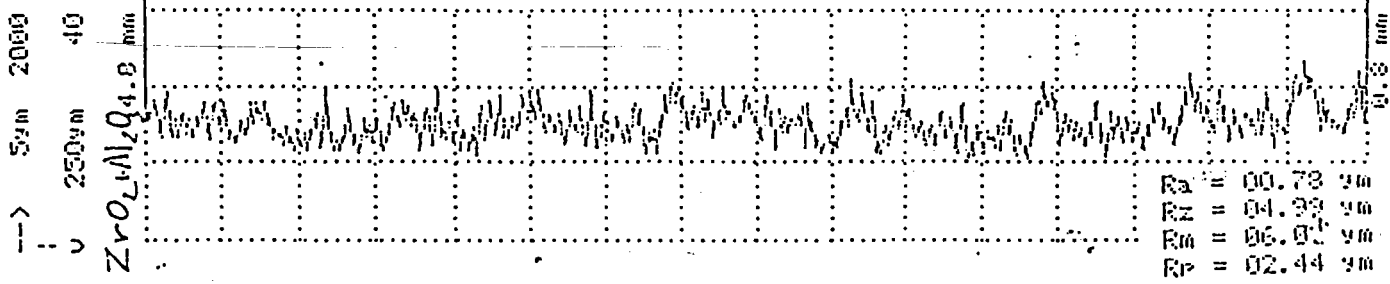


figure 14 : Profil de rugosité de la zircone-alumine /44/.

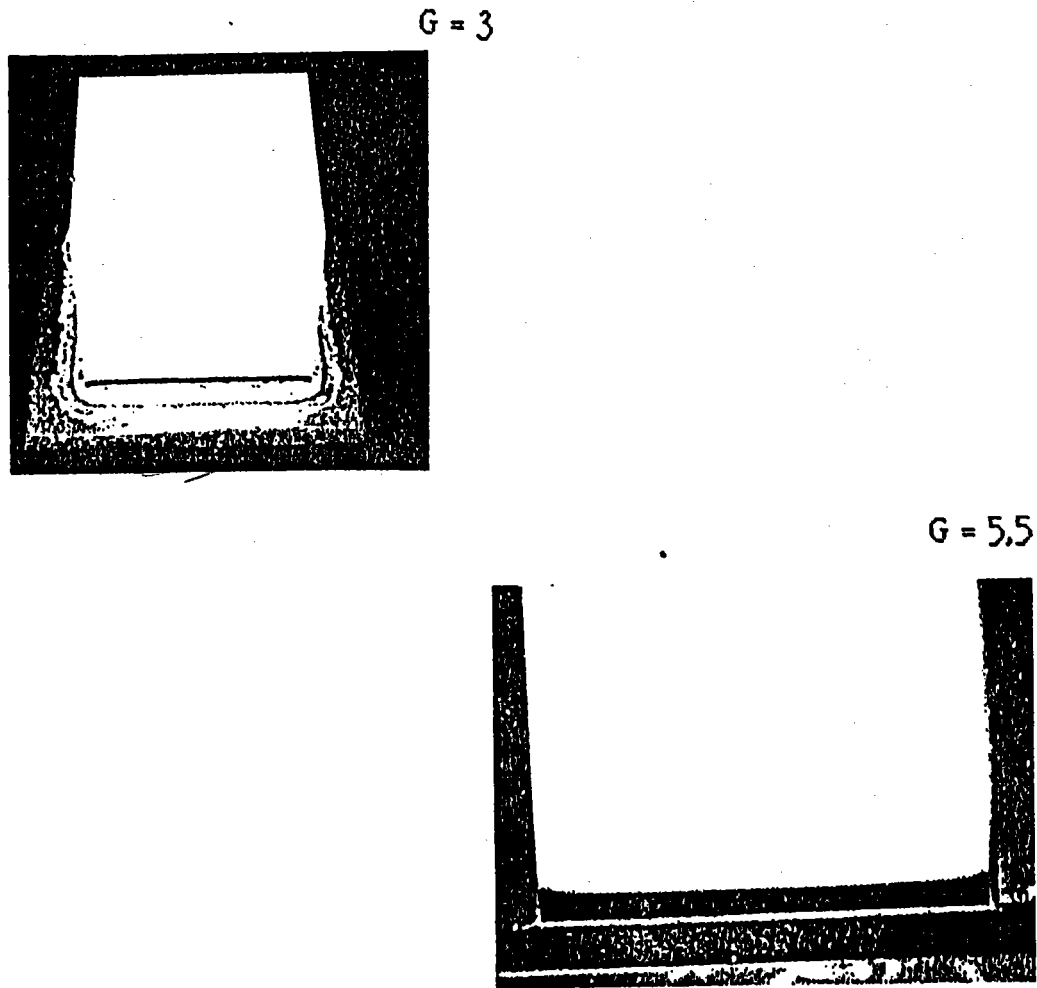


figure 15 : Macrographies du couple Ti /  $ZrO_2+Al_2O_3$  (Ag-Cu-Ti 4,5%) /44/.

## 2- THERMOCOMPRESSION :

### 2-1 MATERIAUX UTILISES :

#### a/ CERAMIQUE :

Deux types de céramiques sont utilisés pour réaliser la thermocompression :

- ZERODUR dont la composition chimique est :

SiO <sub>2</sub>	55,5 %	MgO	1 %
AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	25,3 %	TiO <sub>2</sub>	2,3 %
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	7,9 %	ZrO <sub>2</sub>	1,9 %
Li <sub>2</sub> O	3,7 %	Na <sub>2</sub> O	0,5 %
ZnO	1,4 %	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,5 %

Cette vitrocéramique possède un coefficient de dilatation très faible (quelques  $10^{-7} \text{ } ^\circ\text{K}^{-1}$ ), ce coefficient varie très peu en fonction de la température jusqu'à la température de transition vitreuse du matériau (820°C) / 45 /.

les caractéristiques physiques de la vitrocéramique (zérodur) sont données par le tableau XI .

- ZIRCONE- MULLITE .

#### b/ METAUX DE BASE :

On a utilisé des tôles de titane, de zirconium et de zircaloy de forme parallélépipédique de section carrée de 15 mm de côté et d'épaisseur 1 mm.

Ces tôles présentent des textures pôle central ou transversal.

On distingue :

- Titane pôle transversal
- Titane pôle transversal recuite
- Titane 35 pôle central
- Zircaloy pôle central
- Zircaloy pôle transversal
- Zirconium pôle central
- Zirconium pôle transversal
- Zirconium CL pôle transversal
- Titane 40 pôle transversal
- Acier non texturé.

Les caractéristiques physiques et mécaniques des métaux sont données par le tableau IX .

Les textures sont présentées par les figures 23 et 24 .

### **c/ METAL D'APPORT :**

Deux types de métaux d'apport sont utilisés, l'aluminium AS1 (1% de Si ) et l'aluminium A9-5N (99,99999% Al ).

## **2-2 PREPARATION DES SURFACES :**

### **a/ CERAMIQUE :**

- La zircone-mullite a subi le même traitement que  $ZrO_2+AL_2O_3$  présenté dans le brasage ( 1-2-a ) .

La surface de la zircone-mullite a la même rugosité que  $ZrO_2+AL_2O_3$  , voir figure 14.

- La vitrocéramique a subi le traitement suivant :

Usinage sous forme de cube de  $10*10*10 \text{ mm}^3$

Polissage de toutes les faces afin d'éliminer les défauts d'usinage:  
la surface de liaison est polie de façon à obtenir une planéité minimale de dix franges et une dimension de défaut inférieur à  $10 \mu\text{m}$ .

Dégraissage dans un solvant chloré (fréon T.M.C ) et dans l'éthanol avec agitation ultrasonique pendant cinq minutes à la température ambiante.

Il est nécessaire d'effectuer un traitement thermique de relaxation des contraintes résiduelles après usinage.

Ceci est dû à la fragilité de la vitrocéramique et à l'influence de l'état de surface sur les caractéristiques mécaniques du matériaux.

Les paramètres du traitement thermique sont :

- vitesse de chauffage :  $2^{\circ}\text{C}.\text{mn}^{-1}$  environ
- palier thermique :  $540^{\circ}\text{C} - 750^{\circ}\text{C}$
- vitesse moyenne de refroidissement :  $(340^{\circ}\text{C} - 100^{\circ}\text{C}) 0,2^{\circ}\text{C}.\text{mn}^{-1}$
- atmosphère : vide ( $p=10^{-5}$  mb) ou  $\text{N}_2+\text{H}_2$  90 -10.

La température de recuit ne doit pas être supérieure à  $750^{\circ}\text{C}$  afin de conserver les propriétés de stabilité dimensionnelle du matériau (température de transition vitreuse  $790^{\circ}\text{C} - 820^{\circ}\text{C}$ ).

Notons que la céramisation par précipitation de la phase cristalline eucryptite  $\beta$  se produit à  $750^{\circ}\text{C}$  (température de transition vitreuse  $820^{\circ}\text{C}$ ).

Au delà de cette température, il existe un début de transformation de phase (eucryptite  $\beta \rightarrow$  spomudène  $\beta$ ) / 46 /, ce qui provoque une modification du coefficient de dilatation et de son évolution en fonction de la température.

#### **b/ SUBSTRATS METALLIQUES :**

Les substrats métalliques (Ti, Zr et Zy) ont subi une préparation de surface identique à celle citée antérieurement (1-2-b).

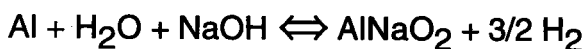
#### **c/ METAL D'APPORT :**

Le métal d'apport est dégraissé selon les conditions :

- Dégraissage dans un solvant chloré avec agitation ultrasonique pendant cinq minutes, à la température ambiante.

- Décapage dans une solution de soude concentrée à  $200 \text{ g.l}^{-1}$  pendant trois minutes, à la température ambiante.

La réaction de la soude avec l'aluminium donne lieu à la formation de l'aluminate de sodium (l'aluminium est un métal amphotère).



Ce sel n'est pas soluble dans la soude (produit de solubilité faible par effet d'ions communs). Il se dépose sur la pièce et la passive (dépôt gélatineux noir).

Il est nécessaire d'effectuer un traitement de dépassivation en milieu acide

dans une solution d'acide nitrique diluée à 5% en volume dans l'eau pendant trois minutes, à la température ambiante.

Un traitement de brillantage ( acide sulfochromique :  $\text{H}_2\text{SO}_4$  50% +  $5 \text{ g.l}^{-1}$   $\text{CrO}_3$  dans l'eau, pendant trois minutes, à la température ambiante ).

Le métal d'apport est ensuite immergé dans l'eau courante ( rinçage avec agitation ) dans l'éthanol et séché à l'air chaud.

Pour éviter tout risque de pollution, les traitements de surfaces du métal d'apport sont effectués au moment de la réalisation de la liaison.

Le métal d'apport est recuit sous vide ou atmosphère réductrice  
500°C - 30 minutes

La dureté HV 9,81N du métal d'apport après recuit est de 160 MPa

L'indice de grain est compris entre 4 et 6 .

## **2-3 CONFIGURATION DES ASSEMBLAGES :**

La liaison est de type recouvrement ( plan-plan ).

Le métal d'apport est de forme torique. Il est mis en forme à partir d'un fil, comportant une solution de continuité et un recouvrement à ce niveau.

## **2-4 MODE OPERATOIRE DE THERMOCOMPRESSION :**

Des études effectuées par M<sup>r</sup> LASCAR ,ont montré que les caractéristiques mécaniques du joint d'aluminium A9-5N diminuent de façon importante à partir de 570°C (  $T/T_f = 0,86$  ) tableau XII.

Il est observé une décohésion intergranulaire ( figure 16 ).

Des études sur les liaisons pour le couple  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Ti}$ , effectuées entre 350°C et 400°C , montrent qu'il est impossible d'obtenir une bonne adhésion du joint en aluminium pour ce couple / 44 /.

En effet, lorsque la température d'assemblage est de 350°C, les réactions d'interface ne peuvent pas se produire .

L'adhésion du joint sur le substrat métallique est purement mécanique .

Le taux de déformation ( A% ) du joint en aluminium A9-5N peut être compris

entre 70 et 80 % pour une température de liaison variant de 400°C - 570°C, Ceci pour un état initial recuit de l'aluminium et les valeurs de la contraintes appliquées pour la déformation plastique du métal d'apport.

Le rapport de déformation  $b/h$  (  $b$ : largeur du joint ;  $h$ : épaisseur du joint formé )  $\geq 15$  permettant d'atteindre une énergie d'adhésion mécanique maximale par frottement impose un taux de déformation plastique maximal du joint de 80 %.

La géométrie permettant d'obtenir l'énergie d'adhésion mécanique maximale par frottement est torique ou circulaire à section hexagonale.

Les paramètres de thermocompression utilisés pour la réalisation des différents couples ( avec  $A= 80\%$  ) sont représentés tableaux XIII .

Les liaisons ont été effectuées soit sous vide ( pression dans le four :  $10^{-3}$  Pa à  $4 \cdot 10^{-2}$  Pa ), soit sous atmosphère réductrice dynamique (  $N_2+H_2$  90 -10 ) à la pression atmosphérique.

La vitesse de déformation plastique du métal d'apport est de  $10^{-4}$  m.s<sup>-1</sup>.



### **3- SOUDAGE-DIFFUSION :**

#### **3-1 MATERIAUX UTILISES :**

Dans ce chapitre on a fait l'étude des liaisons métal-métal afin d'analyser les facteurs d'influence sur l'évolution des textures ou orientations locales, et produits de réactions formés lors de la liaison.

Les matériaux utilisés sont :

- titane 40 pôle central .
- zirconium C.L
- acier présentant une concentration faible en carbone .

Les propriétés physiques et mécaniques des métaux de base ( titane, zirconium et alliages ) sont présentés par le tableau IX.

#### **3-2 PREPARATION DES SURFACES :**

Après polissage mécanique, les substrats en titane et zirconium sont préparés dans les conditions suivantes.

- Dégraissage dans un solvant organique ( Acétone ), puis dans l'éthanol avec agitation dans une cuve à ultrasons pendant cinq minutes à la température ambiante.

Décapage dans une solution constituée d'un mélange d'acides ( acide nitrique 4% en volume + acide fluoridrique 20% en volume dans de l'eau distillée ) pendant dix secondes.

Rinçage à l'eau et dans l'éthanol.

Pour l'acier , il a été effectué uniquement un dégraissage.

#### **3-3 CONFIGURATION DES ASSEMBLAGES :**

Les échantillons Titane 40 pôle central et le zirconium CL pôle travers sont sous forme de tôle d'épaisseur 4 mm et 5 mm respectivement et 15 mm de côté.

L'acier est sous forme de pastille de 5 mm d'épaisseur et de 8 mm de diamètre.

#### **3-4 MODE OPERATOIRE DE SOUDAGE-DIFFUSION :**

Trois assemblages ont été réalisés avec les modes opératoires suivants:

- Couple Ti / Acier réalisé en appliquant une charge de 13 000 N à 550°C pendant 5 heures.

- Deux couples Zr CL / Acier ont été réalisés dans un four sous vide à parois froides pour différentes conditions :

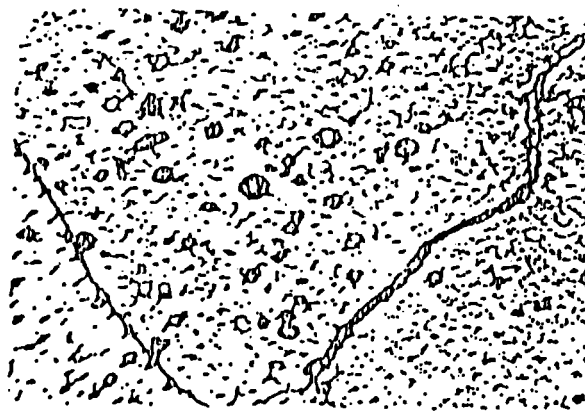
- \* l'un avec une charge appliquée de 12 000 N et une température de 650°C pendant 10 heures.
- \* l'autre est réalisé avec une charge appliquée de 6 000 N et une température de 650°C pendant 8 h 48 mn.

Caractéristiques	Etat de surface	Valeur mesurée
Rupture en cisaillement	douci	65 MPa $\sigma = \pm 15$
( $\sigma_{\tau}$ )	éclairci	135 MPa $\sigma = \pm 26$
Compression ( $\sigma_c$ )	éclairci	614 MPa $\sigma = \pm 14$
Flexion trois points $\sigma_B$	douci	157 MPa $\sigma = \pm 21$
Moudule de Young ( E )		91 GPa
Coefficient de poisson ( $\mu$ )		0,245
Dureté ( HK6N)	éclairci	5360 MPa $\sigma = \pm 22$
Coefficient de dilatation linéaire ( $10^{-70} K^{-1}$ )		
220°C		-3,5
320°C		-2,5
420°C		-2
520°C		-1,7
620°C		-1,8
720°C		-0,8
820°C		+5,5
920°C		+12,6

Tableau XI : Caractéristiques physiques de la vitrocéramique / 45/.

Etat Initial	Température d'essai (°C)	Contrainte de rupture $\sigma_R$ (MPa)	Limite élastique $\sigma_E$ (MPa)	A%	Vitesse de déformation $d_0/dt$ (S <sup>-1</sup> )
Brut	20	150	130	16	10 <sup>-3</sup>
Recuit 565°C-30mn	20	70	25	50	10 <sup>-3</sup>
Recuit 540°C-30mn	400	12	9	75	5,6 10 <sup>-3</sup>
		10	7	81	2,5 10 <sup>-3</sup>
		9	7	75	10 <sup>-3</sup>
Recuit 540°C-30mn	570	3,4	2,6	67	5,6 10 <sup>-3</sup>
		3	2	77	2,5 10 <sup>-3</sup>

Tableau XII : Résultats des essais de traction pour l'aluminium A5 / 44 /.



G = 400

figure 16 : Décohésion intergranulaire Aluminium A-5  
Essai de traction à 570°C.

Les résultats des essais de traction pour l'Aluminium A-9 ne sont pas différents de ceux de l'Aluminium A-5.

Ceci aux températures de liaisons de 400°C-500°C /44/.

couple	Nature et géométrie du joint	FD N	TD °C	$\sigma_D$ MPa	Palier à TD sous $\sigma_D$ (mn)	h mm	b mm	b/h	SL mm <sup>2</sup>	A%	Examen visuel
Zy PT/ Zérodur	A9-torique deux joints Concentriques	3500	520	44,6	30	0,22	3,2	14,5	78,5	78	RAS
Zy PC/ Zérodur	A9-torique deux joints Concentriques	3520	520	44,8	30	0,22	3,2	14,5	78,5	78	RAS
Zr PC / Zérodur	A9-torique deux joints Concentriques	3500	520	44,6	30	0,20	3,5	17,5	78,5	80	RAS
Titane PT/ Zérodur	A9-torique deux joints Concentriques	3700	520	47	30	0,18	3,5	19,4	78,5	82	RAS
Titane PC/ ZrO <sub>2</sub> +Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	A9-torique deux joints concentriques	5200	520	66	30	0,18	3,5	19,4	78,5	77,5	RAS
Zr PT / ZrO <sub>2</sub> +Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	A9-torique deux joints concentriques	5100	515	65	30	0,18	3,5	19,4	78,5	77,5	RAS

ZyPC : Zircaloy pôle central  
 ZyPT : Zircaloy pôle transversal  
 Zr : Zirconium

FD : Force de déformation du joint  
 TD : Température de déformation du joint  
 SL : Surface de liaison apparente  
 $\sigma_D$  : Contrainte de déformation du joint  
 $\sigma_D = FD / (\pi d_m b)$  ; avec  $d_m$  : diamètre moyen du joint formé.  
 b : largeur du joint formé.

\* Liaisons effectuées sous vide :  $P = 4 \cdot 10^{-3}$  Pa

Tableau XIII : Paramètres de thermocompression pour les couples  
 Céramiques/Métaux / 44/.

Couple	Nature et géométrie du joint	Fd ( N )	Td ( °C )	Palier à Td (mn)	Cycle thermique après assemblage	Observations
Zr cl/Al/Acier	A9-5N. Torique	8950	520	30	-	RAS
Zr cl/Al/Zr cl	A9-5N. Torique	8950	520	30	520°C pendant 100 h	rupture de l'interface
Zr cl/Al/Zr cl	AS1. Torique	9850	520	30	520°C pendant 100 h	deux phases à l'interface

Zr cl : Zirconium creusot-loire pôle centrale  
 Acier à bas carbone.  
 A9-5N : Aluminium à 99,99999%.  
 AS1 : Aluminium à 1% de silicium.

Tableau XIIIbis : Paramètres de thermocompression pour les couples métaux /métaux.

## **II- ANALYSES DE TEXTURES ET METALLOGRAPHIQUES AVANT ASSEMBLAGE:**

Nous présentons dans cette partie les examens micrographiques et de textures des différents échantillons avant assemblage. Ceci dans le but de suivre l'évolution de la texture en allant du métal de base vers la céramique après assemblage.

### **1- MICROGRAPHIES DES ECHANTILLONS :**

#### **a- micrographies des métaux de base :**

Les métaux de base se présentent sous forme de plaque carrée de 4 à 6 mm d'épaisseur et de 15 mm de côté ( l'acier est sous forme de fil de diamètre 8 mm ).

Les différents métaux de base sont présentés dans le tableau XIV.

Les micrographies de ces échantillons sont présentées par les figures 17, 18, 19 et 20.

#### **b- micrographie des métaux d'apport :**

Les différents métaux d'apport utilisés pour les assemblages ( brasage et thermocompression ), sont présentés dans le tableau XV.

Les métaux d'apport Ag-Cu-Ti, types Ticusil et cusilaba, se présentent sous forme de feuillard d'épaisseur 0,1 mm.

Les micrographies sont présentées par les figures 21 et 22, elles ont été effectuées par Mr christophe Schuman (stage élève ingénieur réalisé à l'Institut de Soudure - Maître de stage Mr LASCAR ).

L'intervalle de solidification liquidus-solidus est de :

- 780-815 °C pour le cusilaba
- 830-850 °C pour le ticusil.

Le ticusil est un matériau colaminé ( bords alliage Ag-Cu, âme Ti ) comme le montre la figure 21.

Le cusilaba a une structure biphasé phase  $\alpha + \beta$  ( voir figure 22 ).

L'aluminium se présente sous forme de fil de diamètre 1mm.

## **2- TEXTURES DES ECHANTILLONS:**

### **a- métaux de base:**

Les textures des métaux de base sont présentées par les figures 23, 24 et 25. Les métaux de base du type titane ou alliage et zirconium ou alliages présentent une texture ( pôle central ou transversal ).

Ce choix est effectué afin de permettre l'analyse de l'évolution éventuelle de la texture au cours de la liaison et rechercher une relation d'épitaxie ou d'orientation locale à l'interface de liaison ou entre les différentes phases formées.

### **b- céramiques :**

Les analyses de texture des céramiques sont présentées par les figures 28 et 29. Les figures de pôles effectuées sur les céramiques ne révèlent pas d'orientations préférentielles marqués.

### **c- métaux d'apport :**

Pour le brasage nous provoquons la transformation solide-liquide du métal d'apport , la texture initial dans ce cas est sans intérêt .

- la texture des fils d'aluminium nôté A9-5N et AS1 ( 1% de Si) est présentée par les figures 26 et 27.

Pour les figures de pôle (200) effectuées sur les deux métaux d'apport à base d'aluminium, on observe une texture du type pôle centrale. Ceci signifie que le plan (200) est perpendiculaire à l'axe de fibrage.

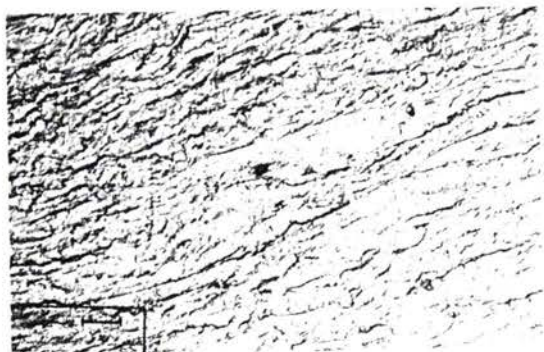
Titane	Ti Ti40
Zirconium et alliages	Zr Zr CL Zy
Acier	

Tableau XIV : Métaux de base.

Cusilaba	Ag-Cu-Ti (62.94; 35.4; 1.66)
Ticusil	Ag-Cu-Ti (68.8; 26.7; 4.5)
Aluminium	A9-5N AS1 (1% de silicium).

Tableau XV : Métaux d'apport





G:1000  
a- vue d'épaisseur

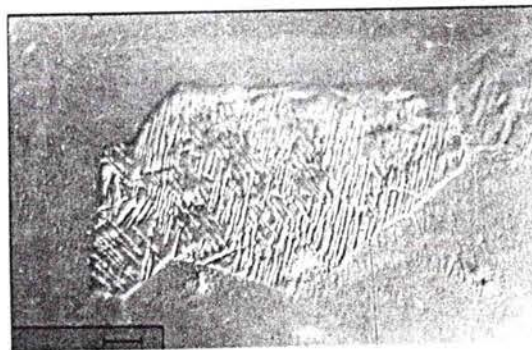


G:1000  
b- vue de surface

figure 17 : Structure du titane 40 avant assemblage.

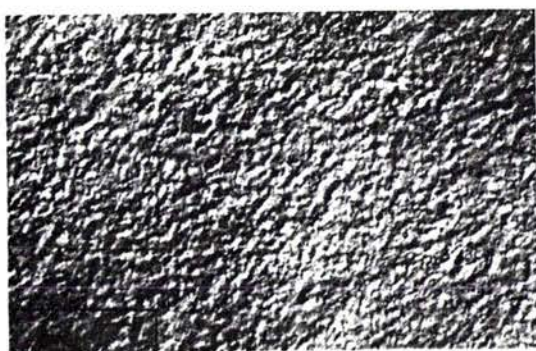


G:100  
a-

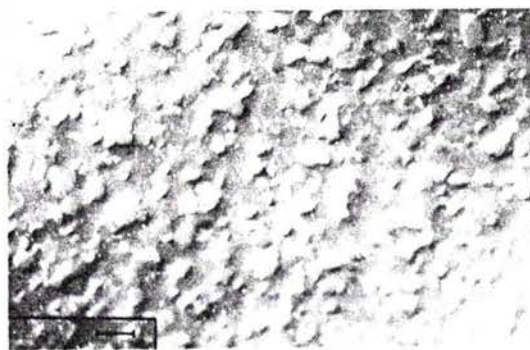


G:1000  
b-

figure 18 : Structure du titane avant assemblage.

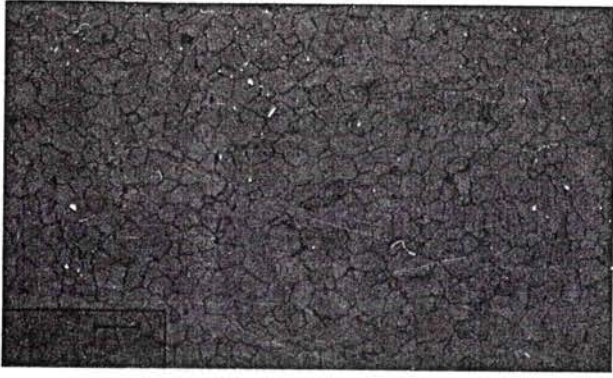


G:200  
a- structure du Zirconium CL



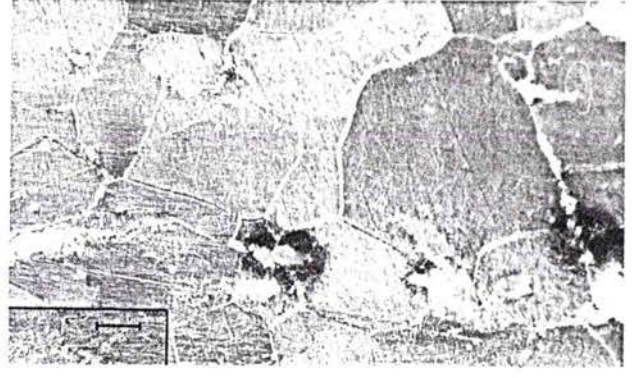
G:200  
b- structure du zircalloy

figure 19 : Structure du zirconium CL et du Zircalloy avant assemblage.



G:200

a-



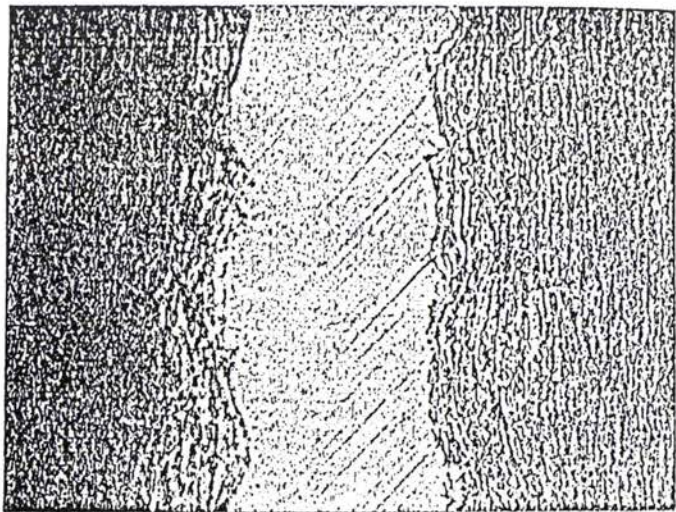
G:1000

b-

figure 20 : Structure de l'acier avant assemblage.



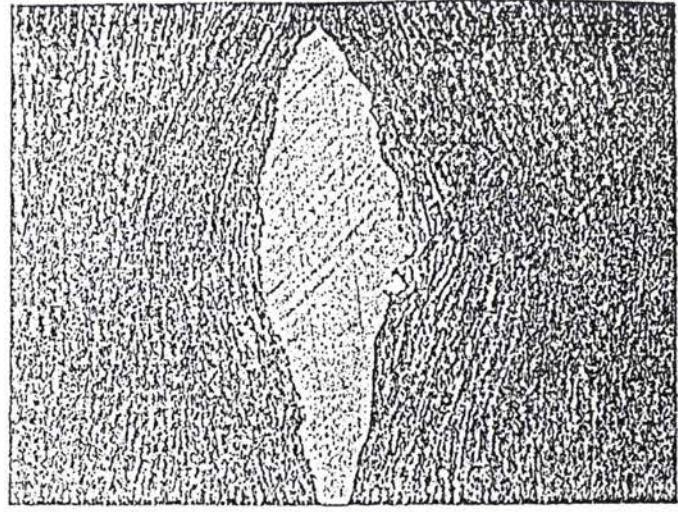
## Ticusil



G = 750

Ti

Ag + Cu



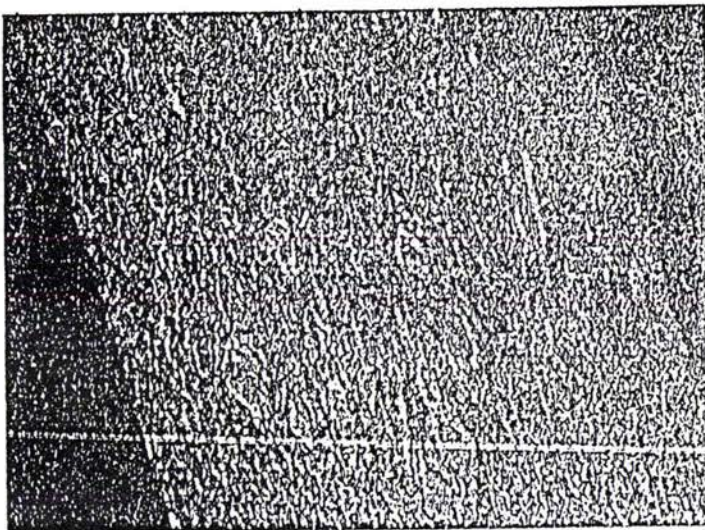
G = 750

Ti

Ag + Cu 72-28

figure 21 : Structure du métal d'apport type Ticusil ( ame titane ).

## Cusilaba



G = 750

attaque : 25 ml d'ammoniaque  
70 ml H<sub>2</sub>O  
5 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>  
1 pastille de soude.

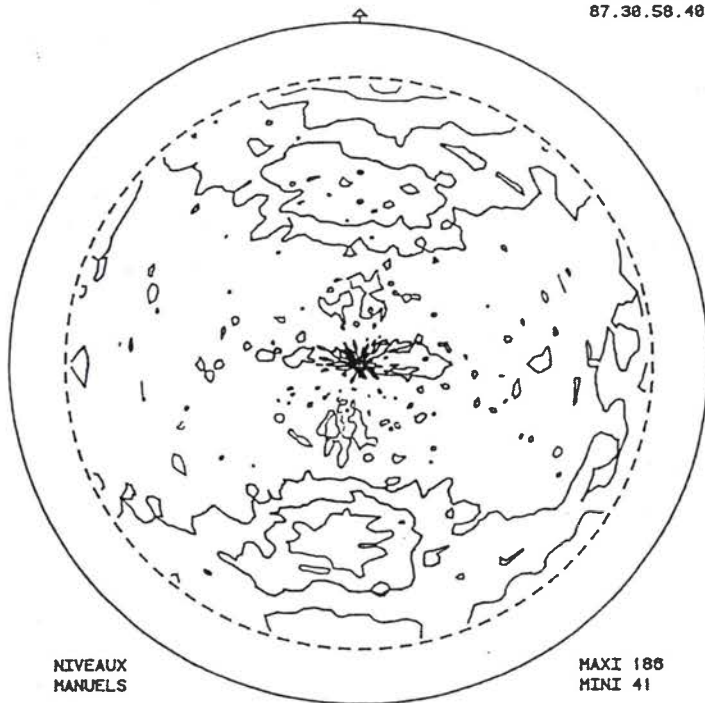
figure 22 : Structure biphase  $\alpha+\beta$  du métal d'apport type Cusilaba.

Brite Euram Ti T40 6.0mm (10.1)  
MANIP : 7.2594

LM2P  
Ile du Saulcy  
57045 METZ  
87.30.58.40

Brite Euram Ti T40 6.0mm (0002)  
MANIP : 8.2595

LM2P  
Ile du Saulcy  
57045 METZ  
87.30.58.40

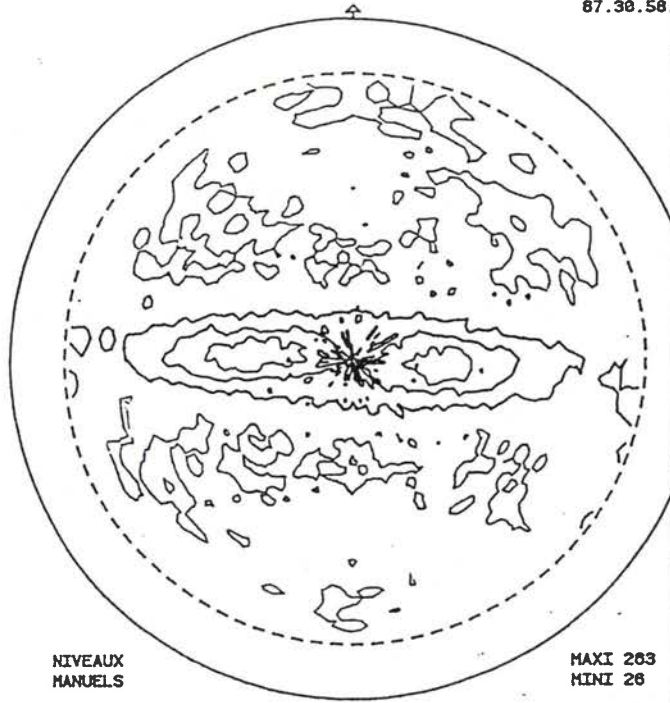


NIVEAUX  
MANUELS

MAXI 186  
MINI 41

NIVEAU 1 = 60  
NIVEAU 2 = 90  
NIVEAU 3 = 120  
NIVEAU 4 = 150

DECLIN. MAXI. = 80  
PAS EN DECL. = 2.5  
PAS EN AZIM. = 5



NIVEAUX  
MANUELS

MAXI 263  
MINI 26

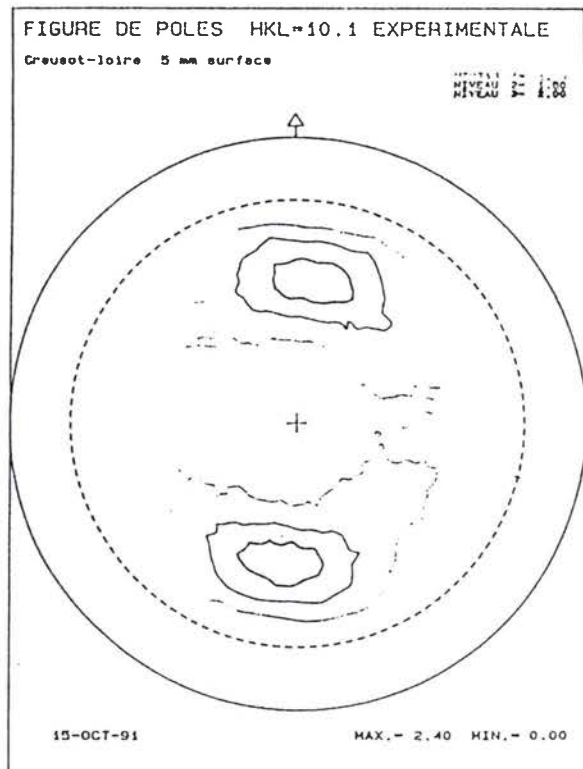
NIVEAU 1 = 50  
NIVEAU 2 = 100  
NIVEAU 3 = 150  
NIVEAU 4 = 200

DECLIN. MAXI. = 80  
PAS EN DECL. = 2.  
PAS EN AZIM. = 5

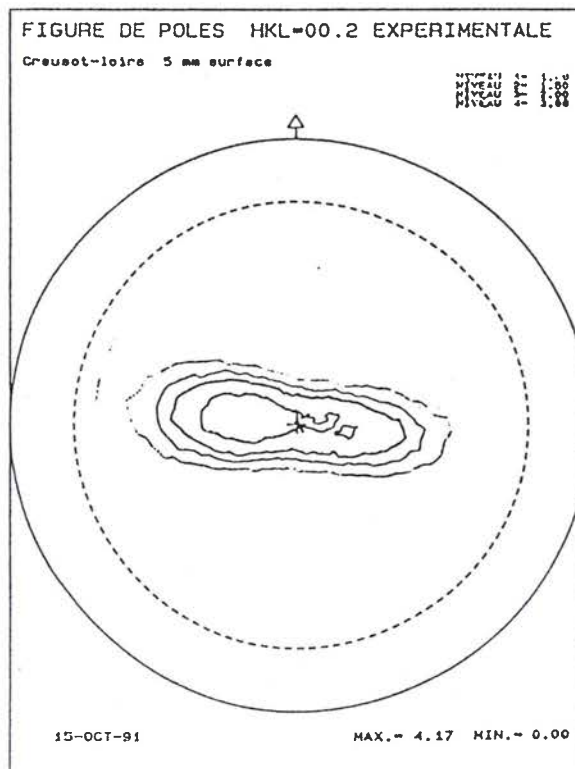
a- figure de pôle (10.1) du Ti 40

b- figure de pôle (0002) du Ti 40

figure 23: Texture du titane 40 avant assemblage.



a- figure de pôle (10.1) du Zr CL



b- figure de pôle (0002) du Zr CL

figure 24: Texture du zirconium CL (Creusot-Loire) avant assemblage.

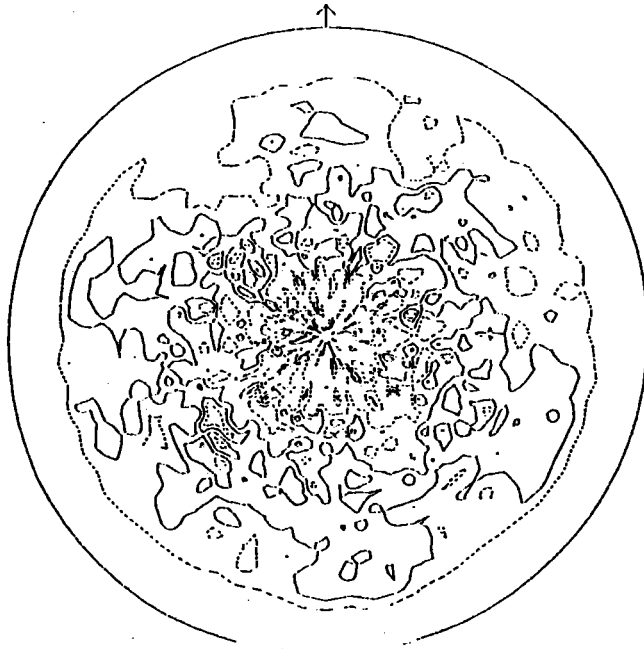
IM2P  
Program: TAHANI  
Sample: Fer TAHANI

printed on 17-Apr-1991 16:06

POLE FIGURE: 200

0.00 1.10 1.40 1.70

Reference axis: RD



a- figure de pôle (200) de l'Acier

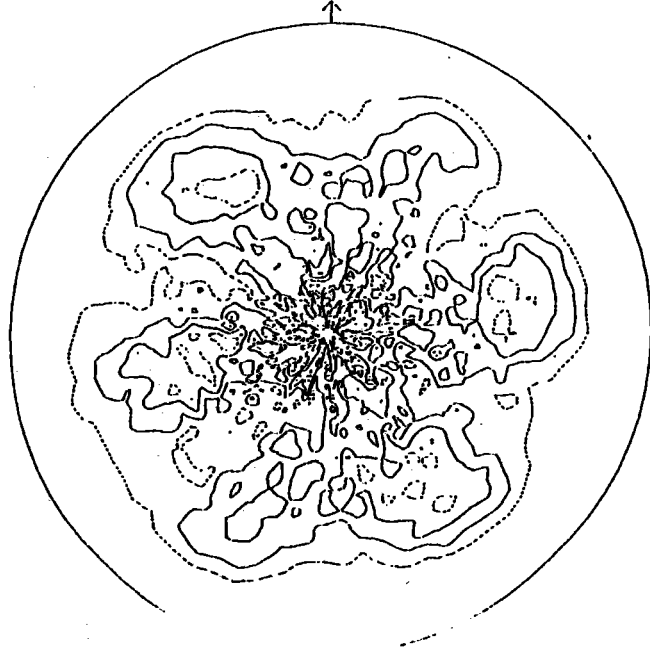
IM2P  
Program: TAHANI  
Sample: Fer TAHANI

printed on 17-Apr-1991 15:36

POLE FIGURE: 110

0.00 1.00 1.20 1.40

Reference axis: RD



b- figure de pôle (110) de l'Acier

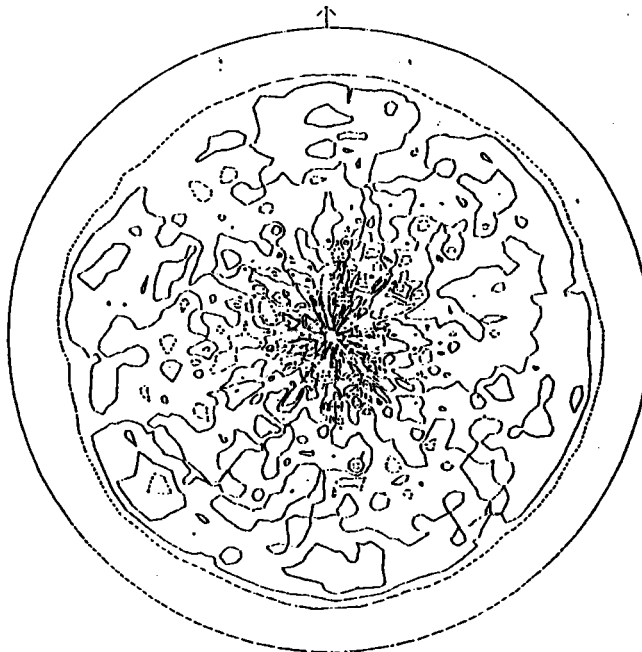
IM2P  
Program: TAHANI  
Sample: Fer TAHANI

printed on 17-Apr-1991 16:16

POLE FIGURE: 211

0.00 1.00 1.20 1.40

Reference axis: RD



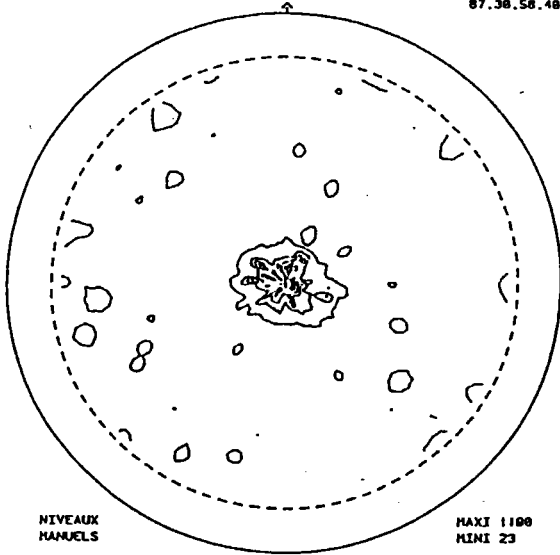
c- figure de pôle (211) de l'Acier

figure 25 : Texture de l'Acier avant assemblage.



TAHANI AI (200)  
MANIP : 7.3201

LH2P  
Ile du Souley  
57045 METZ  
07.30.50.40



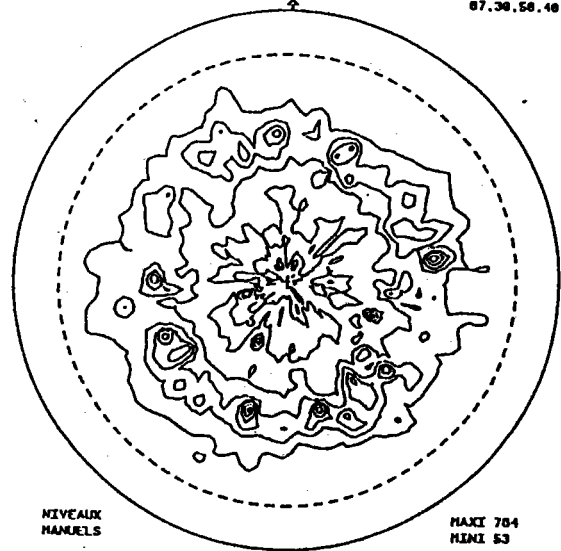
NIVEAUX  
HAMELS

NIVEAU 1 - 100	NIVEAU 5 - 000	DECLIN. MAXI. = 00
NIVEAU 2 - 300	NIVEAU 6 - 1100	PAS EN DECL. = 5
NIVEAU 3 - 500		PAS EN AZIM. = 5
NIVEAU 4 - 700		

MAXI 1100  
MINI 23

TAHANI AI (111)  
MANIP : 6.32

LH2P  
Ile du Souley  
57045 METZ  
07.30.50.40



NIVEAUX  
HAMELS

NIVEAU 1 - 100	NIVEAU 5 - 500	DECLIN. MAXI. = 00
NIVEAU 2 - 200	NIVEAU 6 - 000	PAS EN DECL. = 5
NIVEAU 3 - 300	NIVEAU 7 - 700	PAS EN AZIM. = 5
NIVEAU 4 - 400		

MAXI 704  
MINI 53

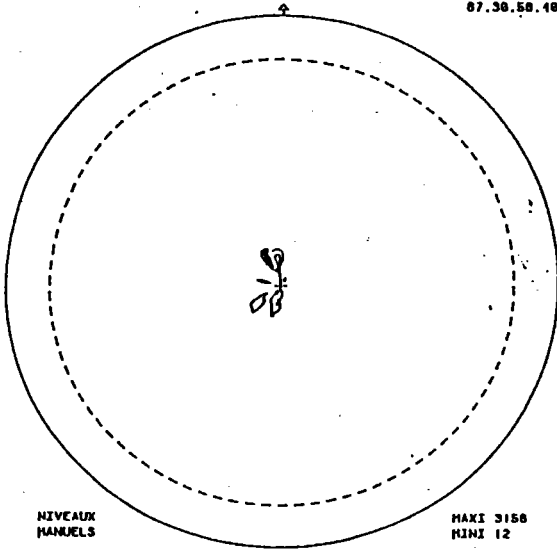
a- figure de pôle (200) de A9-5N

b- figure de pôle (111) de A9-5N

figure 26 : Texture de l'aluminium A9-5N avant assemblage.

TAHANI AI (200)  
MANIP : 2.3190

LH2P  
Ile du Souley  
57045 METZ  
07.30.50.40



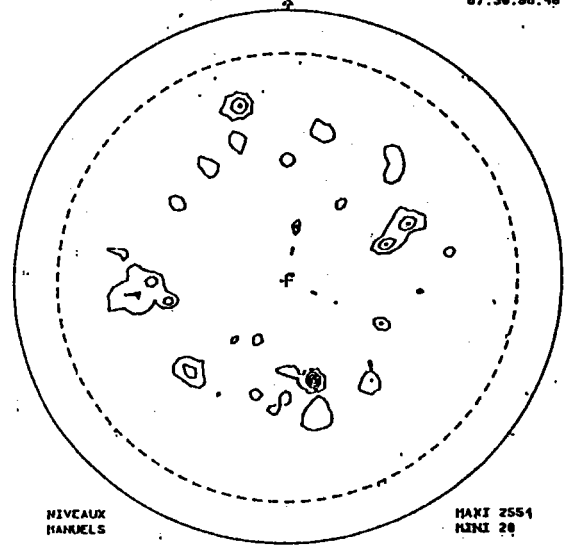
NIVEAUX  
HAMELS

NIVEAU 1 - 500	NIVEAU 5 - 2500	DECLIN. MAXI. = 00
NIVEAU 2 - 1000	NIVEAU 6 - 3000	PAS EN DECL. = 5
NIVEAU 3 - 1500		PAS EN AZIM. = 5
NIVEAU 4 - 2000		

MAXI 3150  
MINI 12

TAHANI AI (111)  
MANIP : 1.3195

LH2P  
Ile du Souley  
57045 METZ  
07.30.50.40



NIVEAUX  
HAMELS

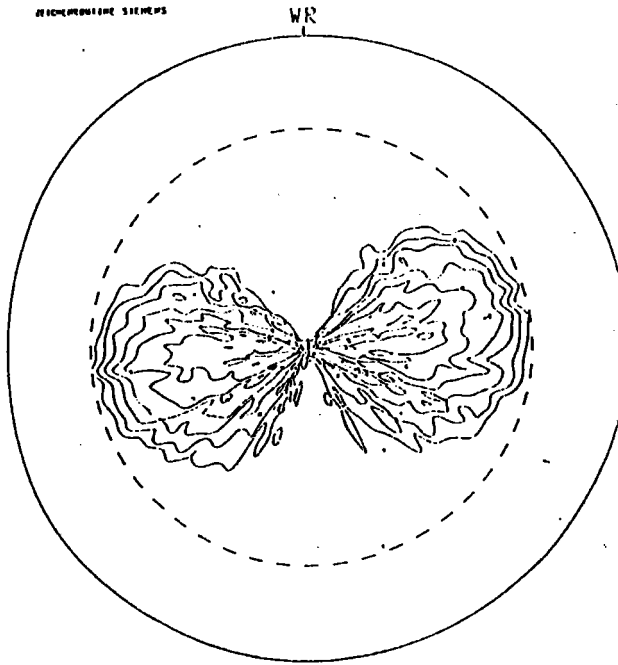
NIVEAU 1 - 500	NIVEAU 5 - 2500	DECLIN. MAXI. = 00
NIVEAU 2 - 1000		PAS EN DECL. = 5
NIVEAU 3 - 1500		PAS EN AZIM. = 5
NIVEAU 4 - 2000		

MAXI 2554  
MINI 20

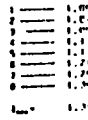
a- figure de pôle (200) de A-S

b- figure de pôle (111) de A-S

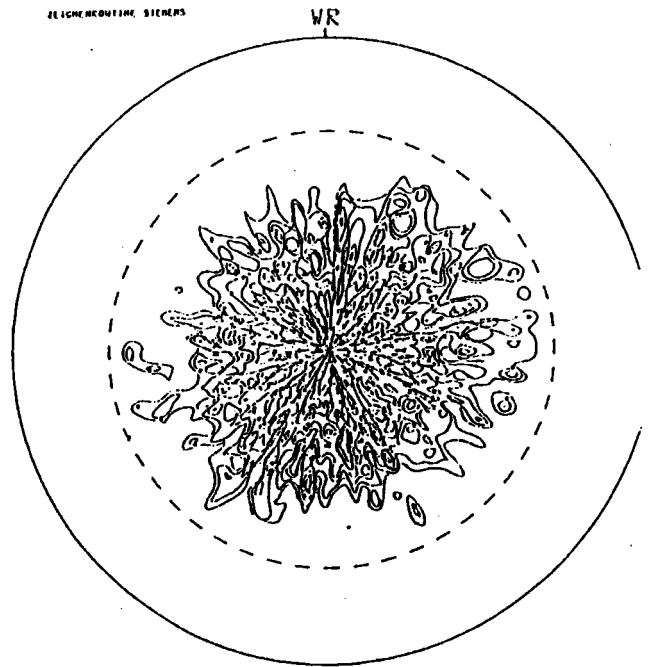
figure 27 : Texture de l'aluminium AS1 avant assemblage.



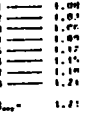
KUNSTSTOFF  
ESLING  
2 2 0



2.1.87 10.56.12



KUNSTSTOFF  
ESLING  
3 2 0



2.1.87 11.5.88

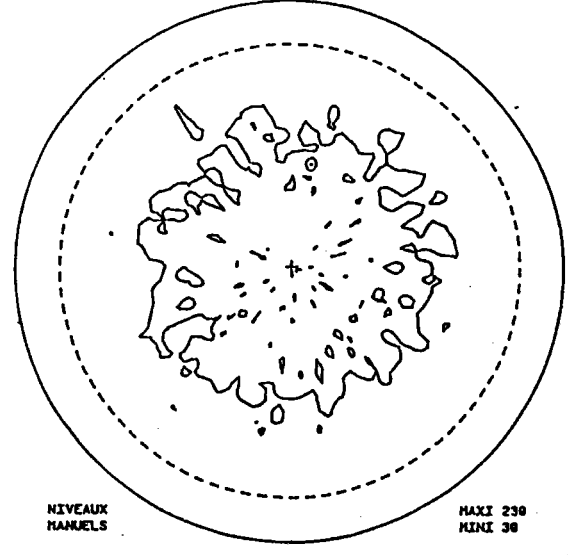
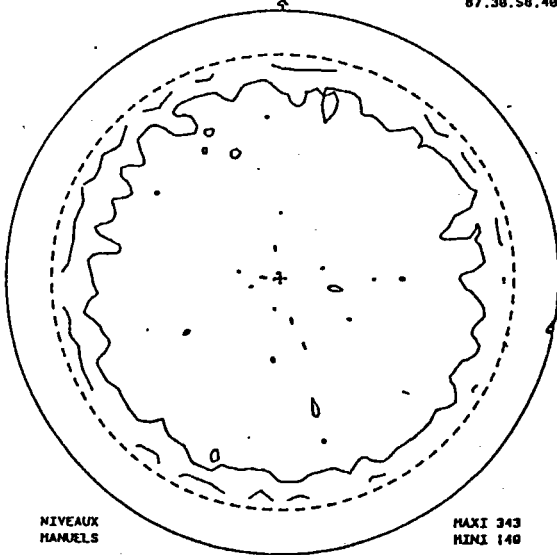
a- figure de pôle (220) de la Zérodur

b- figure de pôle (320) de la Zérodur

figure 28 : Analyse de texture de la vitrocéramique "Zérodur" avant assemblage.

TAHANI Cromique (111)  
 MANIP : 3.3187  
 LM2P  
 Ile du Souley  
 57845 METZ  
 87.38.58.48

TAHANI Cromique (202)  
 MANIP : 5.3199  
 LM2P  
 Ile du Souley  
 57845 METZ  
 87.38.58.48



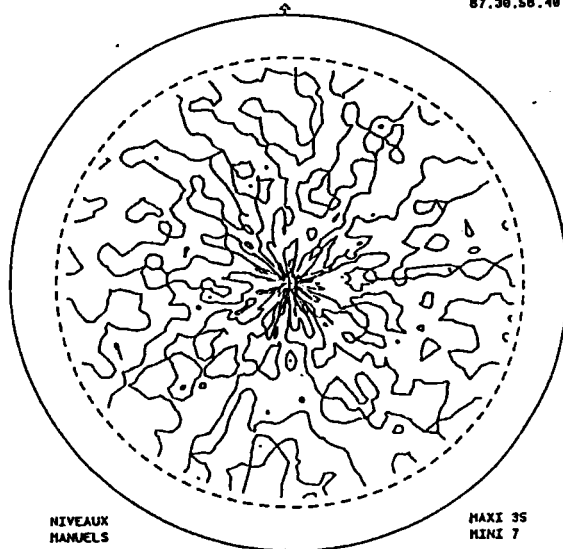
NIVEAUX  
 MANUELS  
 NIVEAU 1 = 175  
 NIVEAU 2 = 225  
 NIVEAU 3 = 300  
 MAXI 343  
 MINI 140  
 DECLIN. MAXI. = 80  
 PAS EN DECL. = 5  
 PAS EN AZIM. = 5

NIVEAUX  
 MANUELS  
 NIVEAU 1 = 75  
 NIVEAU 2 = 150  
 NIVEAU 3 = 225  
 NIVEAU 4 = 300  
 MAXI 230  
 MINI 30  
 DECLIN. MAXI. = 80  
 PAS EN DECL. = 5  
 PAS EN AZIM. = 5

a- figure de pôle (111) du  $ZrO_2$

b- figure de pôle (202) du  $ZrO_2$

TAHANI Cromique (113)  $Al_2O_3$   
 MANIP : 4.3198  
 LM2P  
 Ile du Souley  
 57845 METZ  
 87.38.58.48



NIVEAUX  
 MANUELS  
 NIVEAU 1 = 10  
 NIVEAU 2 = 20  
 NIVEAU 3 = 30  
 MAXI 35  
 MINI 7  
 DECLIN. MAXI. = 80  
 PAS EN DECL. = 5  
 PAS EN AZIM. = 5

c- figure de pôle (113) du  $Al_2O_3$

figure 29 : Textures des céramiques ( $ZrO_2$  et  $Al_2O_3$ ) avant assemblage.



### III- ANALYSE DE TEXTURES ET INVESTIGATIONS METALLOGRAPHIQUES EFFECTUEES SUR LES DIFFERENTS ASSEMBLAGES :

#### 1- THERMOCOMPRESSION :

##### 1-1 PARAMETRES ET CARACTERISTIQUES DES LIAISONS :

###### a- paramètres de thermocompression

Les paramètres de thermocompression sont indiqués sur le tableau XIII pour les couples céramiques-métaux et sur le tableau XIIIbis pour les assemblages entre métaux .

On remarque un traitement thermique de 520°C pendant 100 h , réalisé après assemblage des couples Zr cl /Al / Zr cl.Ceci dans le but d'augmenter la profondeur de la zone de réaction au niveau de l'interface Zirconium/Aluminium.

###### b- taux de déformation plastique du métal d'apport :

Le taux de déformation du métal d'apport en aluminium est donné par l'expression:

$$A = \frac{h-h_0}{h_0}$$

avec  $h_0$  : épaisseur initial du joint  
 $h$  : épaisseur final du joint.

Initialement les fils d'aluminium ont un diamètre  $h_0 = 1\text{mm}$ .

D'après la figure33 ; on remarque que cette épaisseur est de 0,22 mm après déformation plastique du métal d'apport. Dans ce cas le taux de déformation du joint est de :

$$A\% = 72$$

##### 1-2 MODE OPERATOIRE D'ANALYSE APRES LIAISON:

Le but est d'évaluer l'existence d'orientations locales entre métaux de base et joint formé. La méthodologie d'analyse est définie par un synoptique.

###### a- procédé d'analyse:

Pour chaque échantillon on procède suivant la méthodologie décrite dans l'introduction de la deuxième partie.

L'analyse par microsonde à énergie dispersive nous permet de déterminer sur chaque couche la nature des éléments en présence. Ceci nous aidera à l'identification des phases.

Tout près de l'interface, il existe un effet de bord dû au polissage. Ceci nous permet d'analyser ces différentes zones, voir figure 36.

#### **b- attaque métallographique :**

- Pour le Zirconium, Zircaloy et Titane, le réactif d'attaque métallographique est le même, seul la durée de l'attaque varie entre 2 et 10 secondes d'un échantillon à l'autre. Le réactif d'attaque est constitué par un mélange d'acides soit :

5 ml HF (acide fluorhydrique )  
45 ml HNO<sub>3</sub> ( acide nitrique )  
50 ml d'eau.

- pour l'aluminium le réactif d'attaque est :

1 ml HF  
200 ml H<sub>2</sub>O  
ou bien: 1g de soude dans 100 ml d'eau.

### **1-3 RESULTATS ET INTERPRETATIONS:**

#### **1- PREMIER GROUPE D'ASSEMBLAGE :**

La profondeur totale de la zone de diffusion étant faible ( quelques microns ) , le polissage de cette zone est difficile.

Pour ces échantillons, on a effectué deux analyses. L'une sur le métal de base et l'autre sur le métal d'apport.

Ces échantillons sont :

- Ti pt / Al / Zerodur
- Ti<sub>35</sub> pc / Al / Zerodur
- Zy pc / Al / Zerodur
- Zy pt / Al / Zerodur
- Zr pt / Al / Zircone-mullite.

### **a- Attaque métallographique :**

Les micrographies des échantillons sont représentées par les figures 31, 32, 33 et 34.

Après un polissage et en observant du métal de base vers le métal d'apport, on remarque de gros grains d'aluminium, voir figure 34.

Cette dimension de grains est due au fait que la température d'assemblage est égale à la température de recristallisation secondaire de l'aluminium qui est de l'ordre de  $0,5$  à  $0,9 T_f$  ( température de fusion de l'aluminium ).

Remarquons qu'il se produit à la température de déformation plastique de celui-ci une recristallisation dynamique lors de la plastification du métal d'apport et une recristallisation secondaire statique lors du palier thermique sous  $\sigma_d$ .

La zone de recouvrement du métal d'apport située au niveau de la solution de continuité ( préforme torique initiale comportant une solution de continuité et un recouvrement à ce niveau ) est observée, voir figure 34-a. La continuité dans cette zone est obtenue par déformation plastique du métal d'apport et un soudage-diffusion aux interfaces de recouvrement formées.

### **b-Textures :**

La texture est analysée sur le métal de base des différents échantillons ( au environs de  $100 \mu\text{m}$  de l'interface aluminium-métal de base ). Elle ne subit pas d'évolution après thermocompression. Ceci est dû au fait que la profondeur de diffusion de l'aluminium dans le métal de base, est très inférieure à  $100 \mu\text{m}$ , qu'il n'existe pas d'influence de la contrainte appliquée sur le métal de base lors de la déformation plastique du métal d'apport et que la température de déformation plastique du métal de base est très inférieure à la température de transus  $\alpha$ - $\beta$  du métal de base ( titane ou zirconium ).

Les mesures de figures de pôles doivent être effectuées sur un très grand nombre de grains ( de l'ordre de 1000 grains ), ceci pour que la statistique soit bonne. Or, sur le métal d'apport on remarque la présence au maximum d'une dizaine de grains ( parfois trois ou quatre grains ).

Les figures de pôles présentées, permettent d'évaluer l'orientation de ces quelques grains, voir figures 35.

Les figures 35-a, 35-b, 35-c et 35-d présentent les figures de pôle (111) de l'aluminium des 4 assemblages réalisés.

Les paramètres de thermocompression sont identiques pour les trois échantillons analysés.

D'après les figures, on remarque que le plan (111) de l'aluminium n'est pas toujours perpendiculaire à l'axe de déformation. Ceci peut être expliqué par le fait qu'il existe trois zones de déformation au niveau du métal de base:

- une zone de pression hydrostatique pour laquelle le plan (111) est toujours perpendiculaire à l'axe de déformation;
  - une zone de cisaillement des couches limites ( zone d'adhérence );
  - une zone de friction ( zone de cisaillement );
- ces deux dernières zones nous donnent à priori cette dispersion des pôles (111) sur les figures de pôle 35-b et 35-c.

## **2- Zr PC / Al / ZIRCON-MULLITE :**

Pour cet assemblage, on a pu évaluer la zone de réaction même si celle-ci est de faible dimension.

Lorsqu'on effectue un polissage, une légère dénivellation intervient entre le centre de l'échantillon et les bords. De ce fait, on a plusieurs zones qui peuvent apparaître ( coupe métallographique en biais ).

### **a- Attaque métallographique :**

A quelques dizaines de microns de l'interface de liaison, le zirconium se présente comme l'indique la figure 36-a.

Les grains de zirconium n'ont pas subi d'évolution par rapport à la morphologie initiale.

Lorsqu'on se déplace du centre de l'échantillon vers les bords, on peut observer les grains de zirconium et ceux de l'aluminium, voir figure 36-b.

La dimension des grains de zirconium est très inférieure à celle des grains de la solution solide du métal d'apport en aluminium A9-5N. Quelques dizaines à une centaine de grains de zirconium sont en relation avec un grain d'aluminium ( ou alliage d'aluminium ).

La dimension de ces grains d'aluminium est due à l'effet de la recristallisation dynamique et statique ( recristallisation secondaire à la température de déformation sous la contrainte de déformation du métal d'apport ).

### **b- Analyse par microsonde à énergie dispersive :**

On effectue sur les trois zones de la figure 36-c une analyse afin de déterminer le profil de concentration des éléments de réaction, voir figure 37.

- Dans la troisième zone, l'aluminium est mis en évidence, voir figure 37-c.

- Dans la deuxième zone, trois points de mesure sont considérés. Ces mesures sont présentées par la figure 37-b.

La concentration relative en aluminium augmente du point 1 vers le point 3 de la figure 36-c.

Cette zone représente la zone de liaison puisqu'il y a diffusion du zirconium dans l'aluminium, et inversement.

- sur la première zone, on remarque une légère diffusion de l'aluminium, voir

figure 37-a .

### c- Diagramme $\theta-2\theta$ :

Les diagrammes  $\theta-2\theta$  vont permettre de confirmer la nature des constituants et structure des phases formées. Ils ont été effectués sur les trois zones analysées par microsonde à énergie dispersive.

Plusieurs mesures ont été réalisées sur chaque zone en faisant varier les angles de déclinaison. Ceci dans le but de mettre en évidence toutes les phases présentes .

Trois diagrammes représentatifs ont été choisis pour illustrer ces trois zones.

#### - ZONE I :

D'après le diagramme de la figure 38-a, on remarque la présence du Zirconium (structure hexagonale ).

#### - ZONE II :

Le diagramme présenté par la figure 38-b , indique la présence de deux phases :

- \* Zirconium ( structure hexagonale )
- \* Aluminium ( structure cubique faces centrés )

#### - ZONE III :

L'analyse effectuée par microsonde à énergie dispersive sur la troisième zone montre l'existence de la phase  $\alpha$  de l'aluminium. Les diagrammes  $\theta-2\theta$  effectués sur cette zone, confirme l'existence unique de la phase  $\alpha$  de l'aluminium. Voir figures 39-a et 39-b.

Ces figures ( 39-a et 39-b ), montrent que si l'angle de déclinaison change pour la mesure  $\theta-2\theta$  effectuée sur l'aluminium , l'intensité des pics change également.

D'après ces mesures , on a pu mettre en évidence uniquement les phases initiales. Vu la faible diffusion ( de l'ordre de  $1 \mu\text{m}$  ) , il serait difficile de mettre en évidence par les diagramme  $\theta-2\theta$  des phases qui naissent sur une très faible épaisseur ( le pourcentage en volume des phases balayées par les rayons X seraient faible par rapport à la matrice).

### d- texture :

La première mesure est réalisée sur le métal de base, le zirconium. La texture du zirconium au niveau de l'interface présente toujours une texture type pôle central, voir figure 40-a. Donc même étant tout près de l'interface , les grains de

zirconium conservent leurs textures initiales. Ceci est dû à la faible diffusion de l'aluminium dans le zirconium et aux conditions expérimentales (température et contrainte de liaison).

Donc ceci nous permet de confirmer que l'étude de l'orientation pour ces couples ne présente que peu d'intérêt puisqu'il n'y a pas naissance de nouvelles phases à l'interface sur une profondeur importante, ce qui rend impossible l'analyse des effets de texture sur l'orientation des phases formées.

Dans la poursuite de cette étude sur la thermocompression, nous allons nous limiter à des couples entre métaux, la céramique utilisée ne présente pas de texture.

Un assemblage est réalisé entre zirconium et acier à bas carbone avec de l'aluminium AS1 (1% de silicium) comme métal d'apport. Ceci nous permet de voir le comportement des deux métaux vis à vis de l'aluminium (acier non texturé et zirconium présentant une texture). Un polissage est effectué en coupe transverse, on remarque une liaison homogène voir figure 41, le profil de concentration nous montre la faible diffusion au niveau des deux interfaces AS1 / Zr et AS1/acier. Il n'a pas été mis en évidence de nouvelles phases aux interfaces de liaison.

Deux autres assemblages sont réalisés entre zirconium, l'un avec un métal d'apport type A9-5N et l'autre avec du AS1 (1% de silicium).

L'intérêt est d'analyser la nature des phases formées et l'influence de la composition chimique du métal d'apport sur les dimensions des grains de celui-ci après un cycle thermique de liaison très long (550°C à 100 heures).

### **3- Zr cl / Al / Zr cl :**

Cette assemblage est réalisé avec deux métaux d'apport A9-5N et AS1 (1% de Si).

La liaison du couple comportant le métal d'apport A9-5N n'a pas résisté à la coupe métallographique. On observe une décohésion des deux interfaces.

#### **a- Attaque métallographique:**

Les figures, 42-a, 42-b, 42-c, 42-d, 42-f et 45, présentent les micrographies de l'interface Zr cl / A9-5N / Zr cl après décohésion.

Sur le zirconium apparaît une phase non répartie uniformément. On remarque l'absence de cette phase sur les zones de pression hydrostatique.

Plusieurs auteurs montrent la présence d'oxyde à ce niveau, ce qui générerait la diffusion entre le zirconium et l'aluminium.

Remarquons sur la figure 45 les fractures de la nouvelle phase formée à l'interface.

La rupture est probablement due :

- soit à la relaxation des contraintes lors du découpage de l'échantillon,
- soit à la fragilisation de la nouvelle phase formée à l'interface.

Les micrographies de l'interface Zr cl / AS1 montrent la naissance de deux zones , l'une de faible épaisseur d'environ  $1\mu\text{m}$  qui parcourt toute l'interface et l'autre d'une épaisseur d'environ  $12\mu\text{m}$  à quelques microns, qui apparaît sur certains endroits de l'interface. Son étalement peut aller jusqu'à une centaine de microns, voir figure 44-b. Cette discontinuité est due aux trois natures de contraintes développées lors de la déformation plastique du métal d'apport et à la couche d'oxyde présente sur le métal d'apport.

#### **b- Analyse par microsonde à énergie dispersive:**

Pour le couple comportant un métal d'apport type AS1, l'analyse par microsonde à énergie dispersive de l'interface nous donne une indication sur la composition de ces deux zones (voir figure 45). La zone qui se situe le long de l'interface est le silicium. Le silicium diffuse vers l'interface côté Zirconium.

La deuxième zone pourrait correspondre à du ZrAl.

#### **c- Diffraction des rayons X : (diagramme $\theta-2\theta$ )**

Dans le cas du couple Zr / AS1 / Zr nous n'avons pas pu mettre en évidence ces phases à cause de leurs faibles dimensions par rapport à la matrice ( vue de profil ).

Pour le couple Zr / A9-5N / Zr l'analyse aux rayons X de l'interface du Zirconium / A9-5N après décohésion ( figure 43 ), nous a permis de mettre en évidence la phase  $\text{ZrAl}_3$  qui a une structure tetragonale centrée type  $\text{D}_{023}$  , groupe de symétrie  $I_4 / \text{mmm}$ , les paramètres de maille sont  $a=4.013$  ,  $c=17.321$  et  $c/a =4.316$ . Ceci pour des monocristaux contenant 53.4% de Zr et 46.2% d'Al déterminées par analyse chimique ( BRAUER, 1938,1939 ) . C'est cette phase qui est probablement la cause de la fragilisation de l'interface.

#### **d- Orientation des différentes phases :**

Les diagrammes  $\theta-2\theta$  ne nous permettent pas d'analyser les phases de faible dimension. L'indexation des diagrammes de KIKUCHI obtenus pour un grain individuel, nous précise les phases formées et leurs orientations. La connaissance de ces phases ainsi que de leurs orientations est donc à-priori réalisable grâce à l'EBSP.

Les mesures effectuées sur ces différentes phases ( le silicium et l'alliage ZrAl ) n'ont pu être correctement menées.

En effet, l'apparition des diagrammes de KIKUCHI sur l'écran peut être gênée par l'un des phénomènes:

- la ou les phases ont un numéro atomique faible

- l'état de surface de l'échantillon dû à la préparation
- les contraintes résiduelles générées lors du refroidissement du couple assemblé.

pour le deuxième couple, les mesures effectuées par le goniomètre de texture (figure 46) n'ont pu être exploitées du fait de la non répartition de cette phase le long de l'interface voir figure 42-a.

#### **1-4 CONCLUSION :**

Si des phases se forment sur l'interface lors d'une thermocompression (sans recuit de 100h ), elles ont une épaisseur inférieure à 1 micron. La mesure de leurs orientations à l'aide d'un goniomètre de texture est impossible à réaliser.

Dans le cas où les assemblages ont subi un recuit de 100h à 550°C, on remarque la naissance de deux phases ( pour le couple Zr cl / AS1 / Zr cl ). L'une répartie tout le long de l'interface, son épaisseur est d'environ 1 micron . La mesure d'orientation de cette phase à l'aide du goniomètre de texture et également à l'aide de l'EBSP n'est pas réalisable .

L'orientation de l'autre phase ( ZrAl même étant de l'ordre de quelques dizaine de microns ) n'a pas pu être mesurée à l'aide de l'EBSP.

La phase fragile ZrAl<sub>3</sub> s'est formée à l'interface Zr cl / A9-5N , et du fait de sa non répartition le long de l'interface , la mesure de son orientation à l'aide du goniomètre de texture est impossible à réaliser.

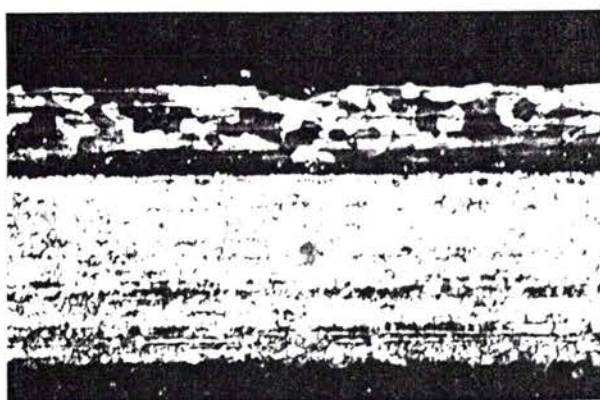




figure 31 : Structure métallographique du zirconium (vue de surface).



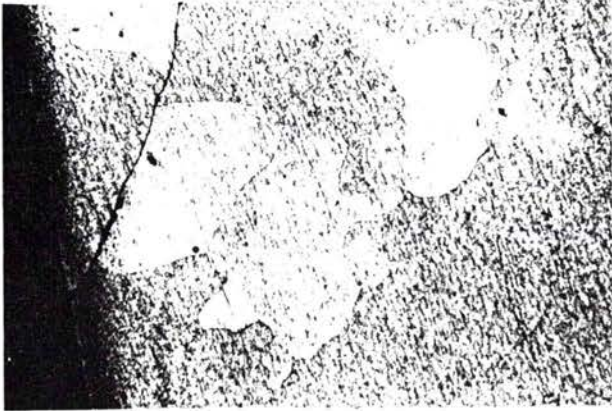
figure 32 : Structure métallographique du titane (vue de surface).



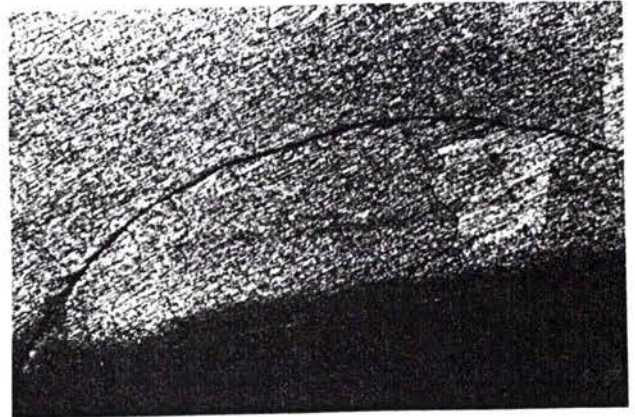
← Zirconium e = 100  $\mu\text{m}$

← Aluminium e = 220  $\mu\text{m}$

figure 33 : Vue de profil de l'assemblage Zr / Al / Zérodur.

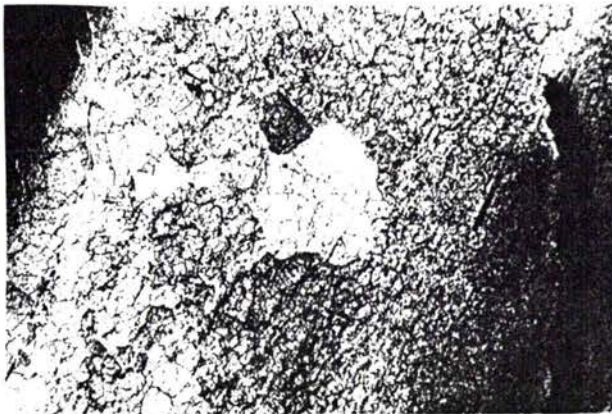


a- G=200

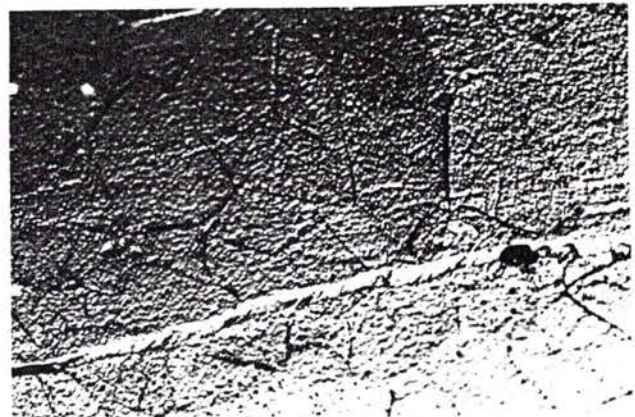


b- G=100

Zone de recouvrement du métal d'apport déformé plastiquement.  
Couple Ti pt / Al / Zérodure.



c- G= 50  
formation de sous grains  
couple Zy pc / Al / Zérodure.



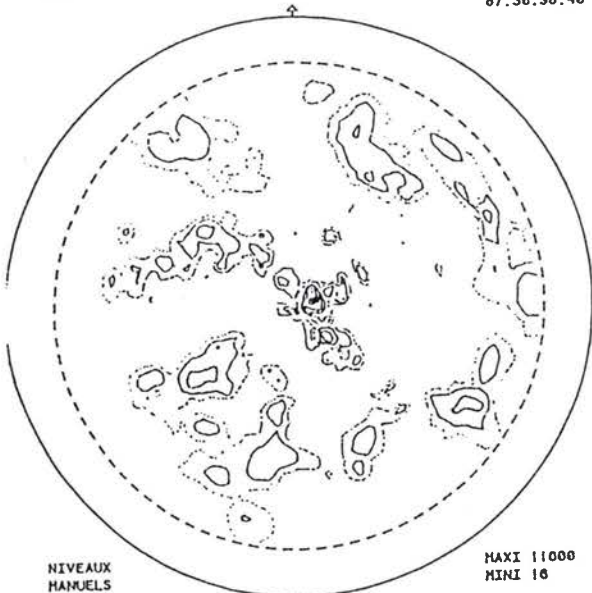
d- G= 500  
Zone de recouvrement du  
métal d'apport.  
couple Zy pt / Al / Zérodure.

figure 34 : Structures de l'aluminium de différents couples après assemblage.



TAHANI AL ther.2 (111)  
MANIP : 2.2129

LM2P  
Ile du Souley  
57045 METZ  
87.30.58.48



NIVEAUX  
MANUELS

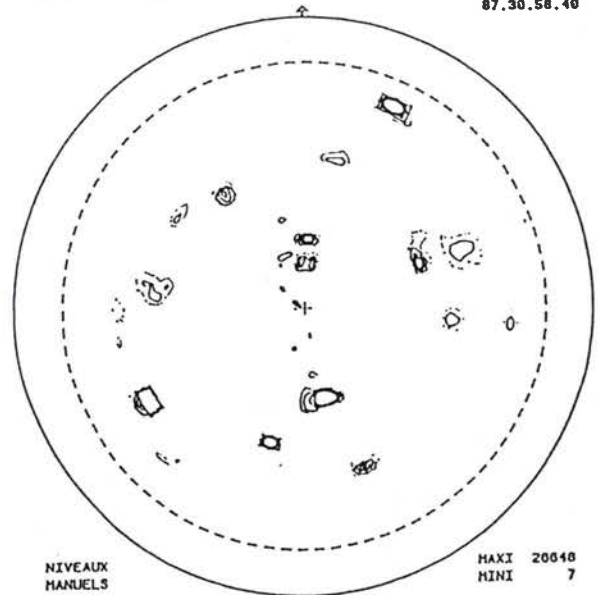
MAXI 11000  
MINI 16

NIVEAU 1 = 1000 NIVEAU 5 = 8000 DECLIN. MAXI. = 80  
NIVEAU 2 = 1000 PAS EN DECL. = 2.5  
NIVEAU 3 = 2000 PAS EN AZIM. = 5  
NIVEAU 4 = 4000

a- couple Ti pt / Al / Zérodure.

TAHANI AL/5 (111)  
MANIP : 4.2274

LM2P  
Ile du Souley  
57045 METZ  
87.30.58.48



NIVEAUX  
MANUELS

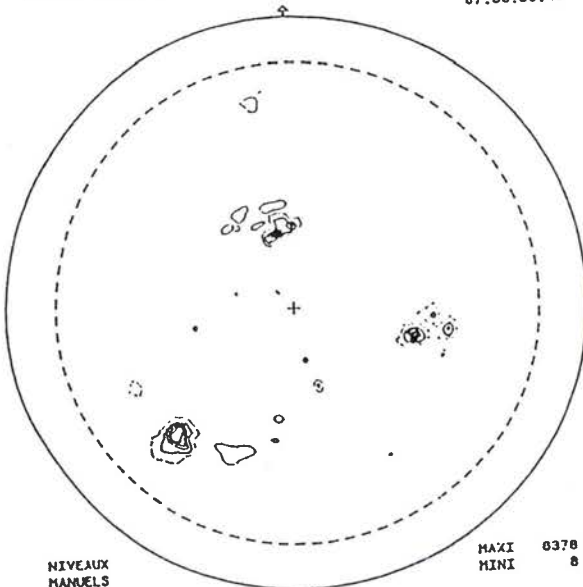
MAXI 20648  
MINI 7

NIVEAU 5 = 4000 DECLIN MAXI = 80  
NIVEAU 2 = 1000 PAS EN DECL = 2.5  
NIVEAU 3 = 2000 PAS EN AZIM = 5  
NIVEAU 4 = 3000

b- couple Zy pt / Al / Zérodure.

TAUANI AL/4 (111)  
MANIP : 5.2275

LM2P  
Ile du Souley  
57045 METZ  
87.30.58.48



NIVEAUX  
MANUELS

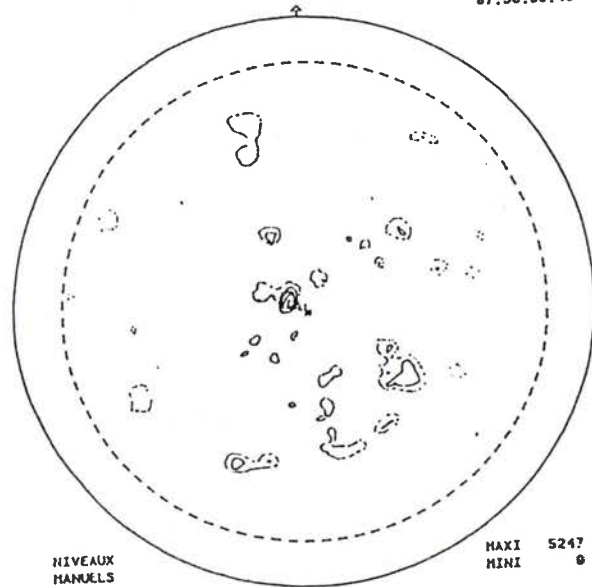
MAXI 8378  
MINI 8

NIVEAU 5 = 5000 DECLIN MAXI = 80  
NIVEAU 2 = 2000 PAS EN DECL = 2.5  
NIVEAU 3 = 3000 PAS EN AZIM = 5  
NIVEAU 4 = 4000

c- couple Zy pc / Al / Zérodure.

TAHANI AL/7 (111)  
MANIP : 1.2271

LM2P  
Ile du Souley  
57045 METZ  
87.30.58.48



NIVEAUX  
MANUELS

MAXI 5247  
MINI 6

NIVEAU 5 = 4000 DECLIN MAXI = 80  
NIVEAU 2 = 1000 PAS EN DECL = 2.5  
NIVEAU 3 = 2000 PAS EN AZIM = 5  
NIVEAU 4 = 3000

d- couple Zr pt / Al / Zircone-mulite.

figure 35 : Figure de pôle (111) de l'aluminium après assemblage.

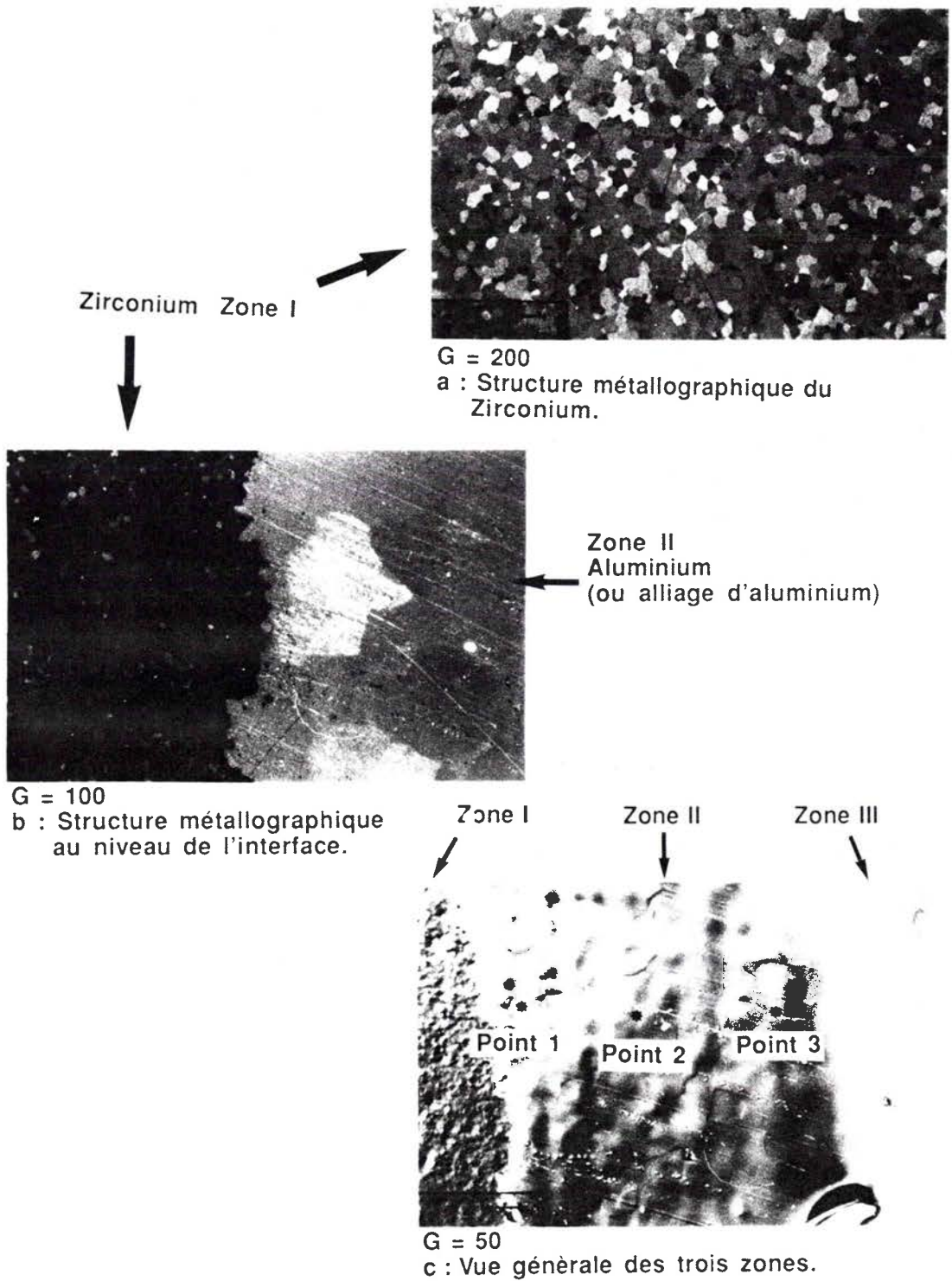
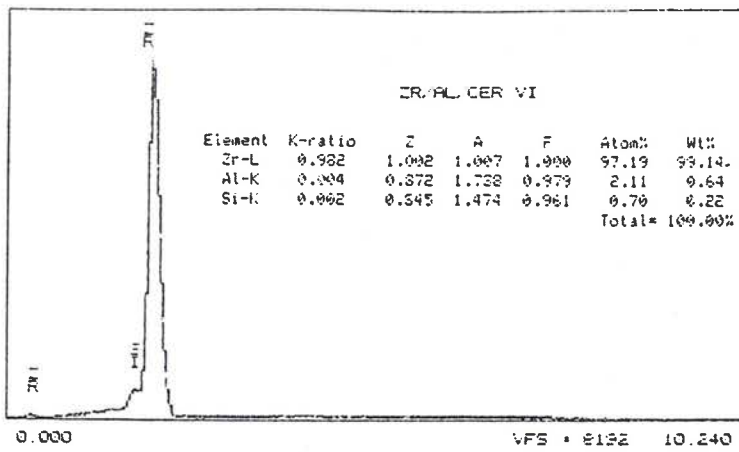
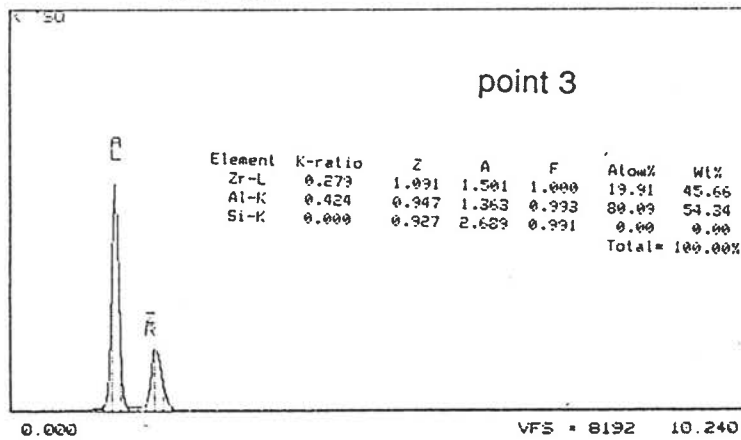
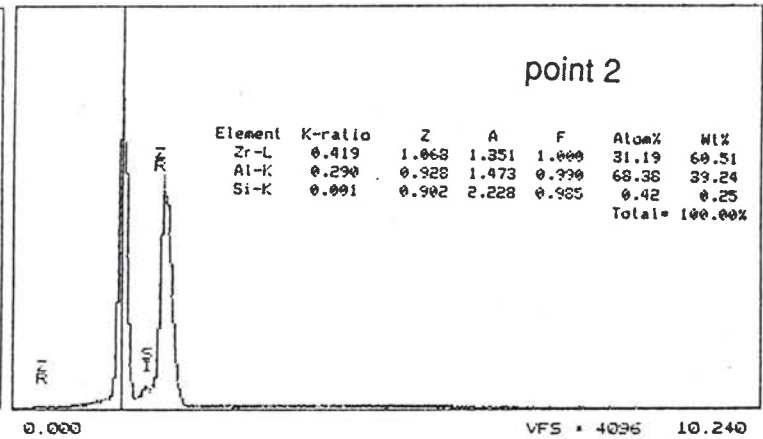
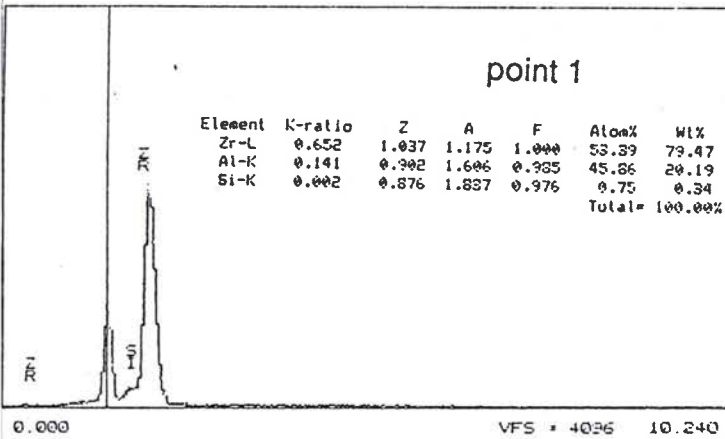


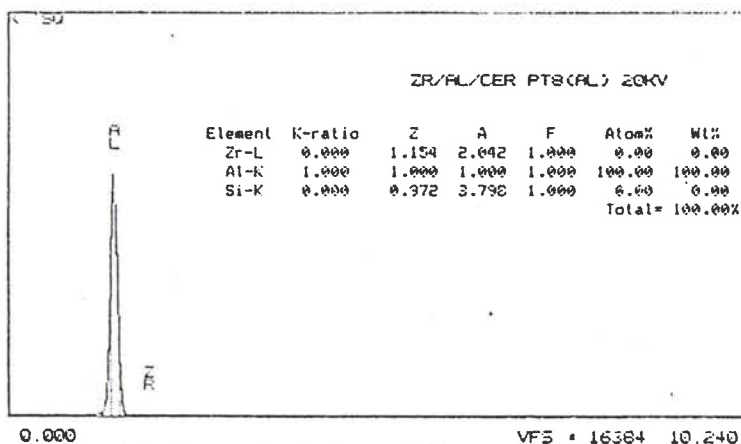
figure 36 : Structures métallographiques du couple Zr pc / Al / Zircone- Mulite.



Spectre réalisé sur la zone I.

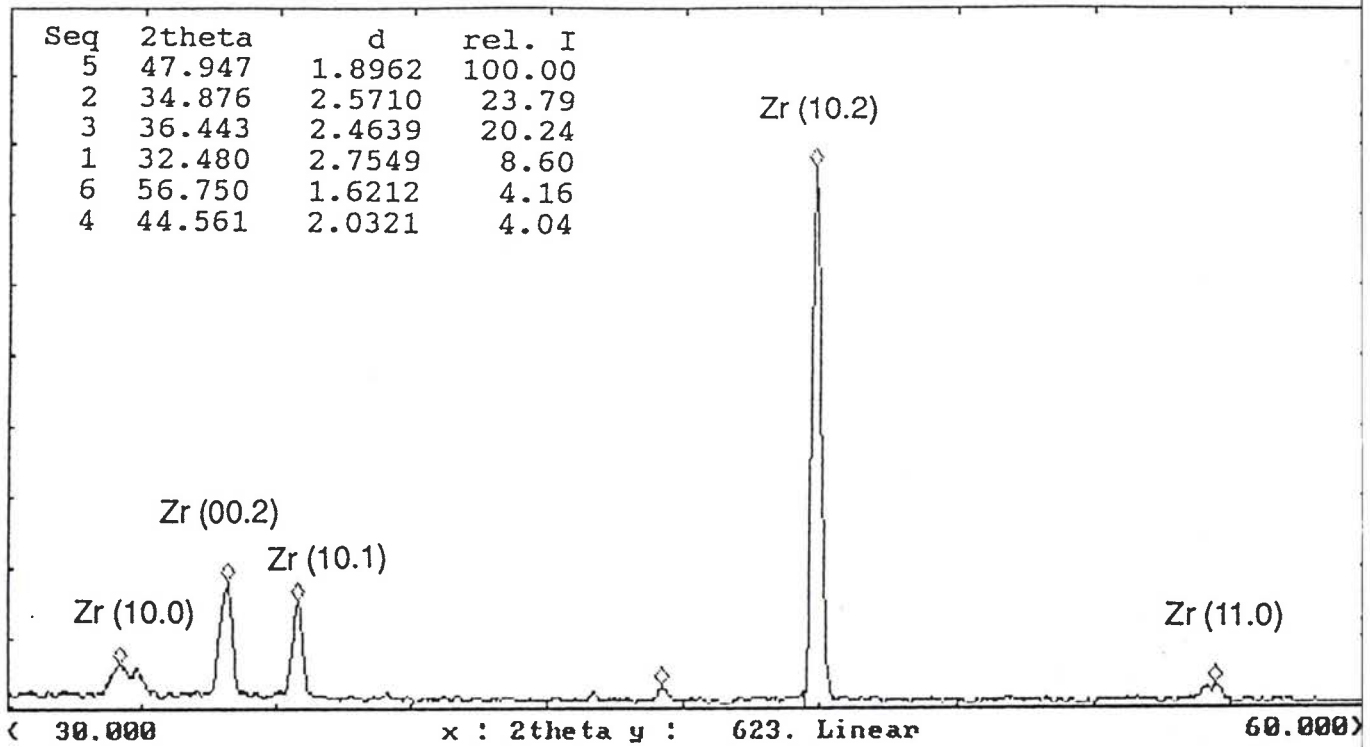


Spectres réalisés sur la zone II.

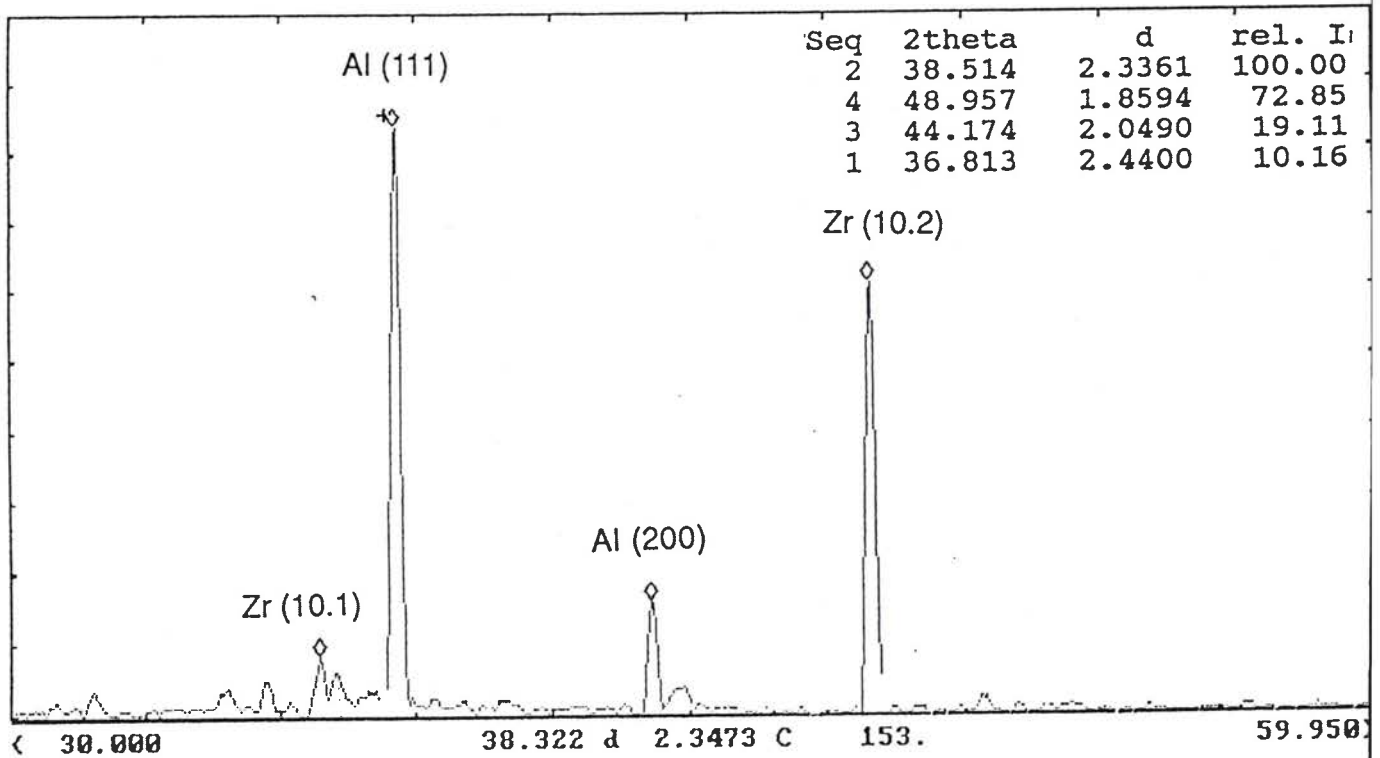


Spectre réalisé sur la zone III.

figure 37 : Spectres de microanalyse ponctuelle dans les différentes zones.



a- Diagramme réalisé sur la zone I



b- Diagramme réalisé sur la zone II

figure 38 : Diagrammes  $\theta$ - $2\theta$  ( Zr pc / Al / Zircone-mullite ).

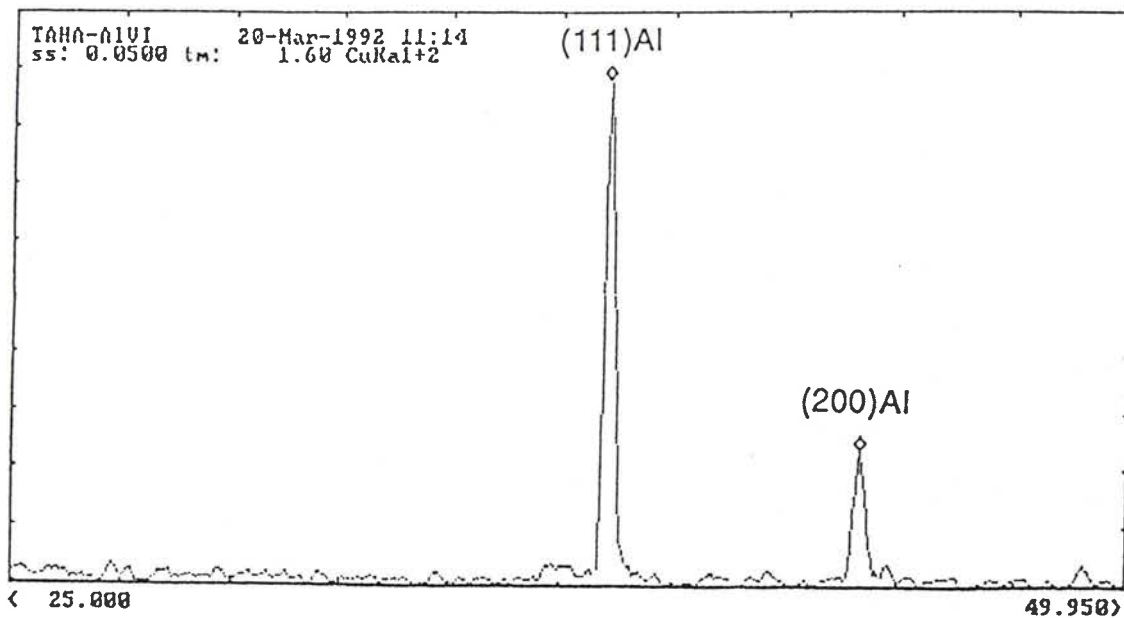


figure 39-a : Diagramme  $\theta$ - $2\theta$  réalisé sur la zone III à  $\chi = 45^\circ$   
 ( Zr pc / Al / Zircone-mullite ).

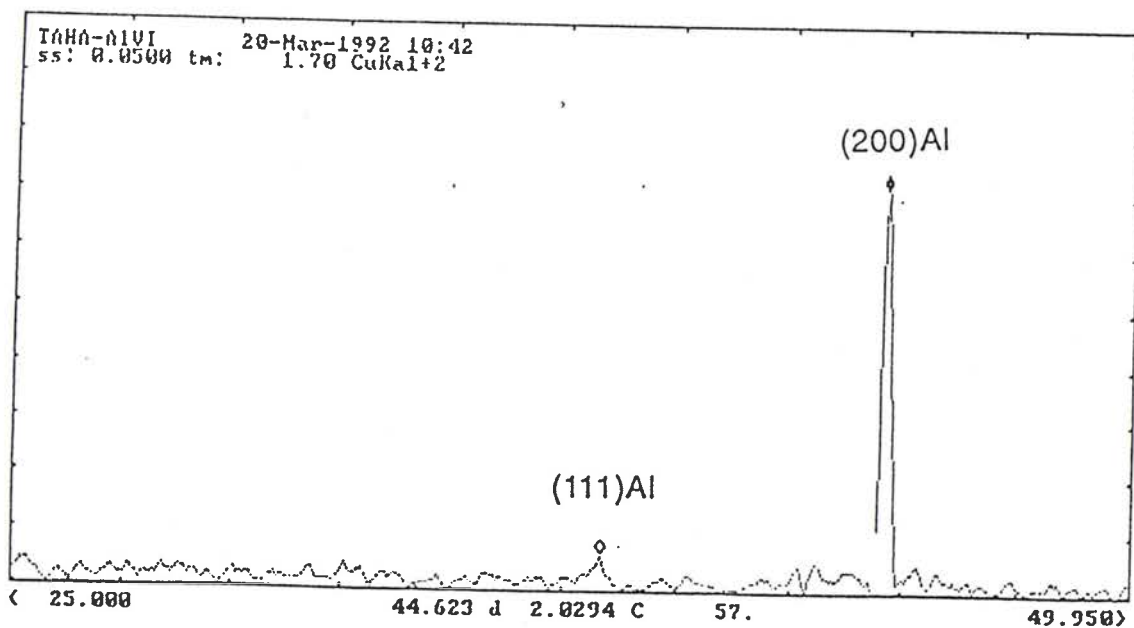
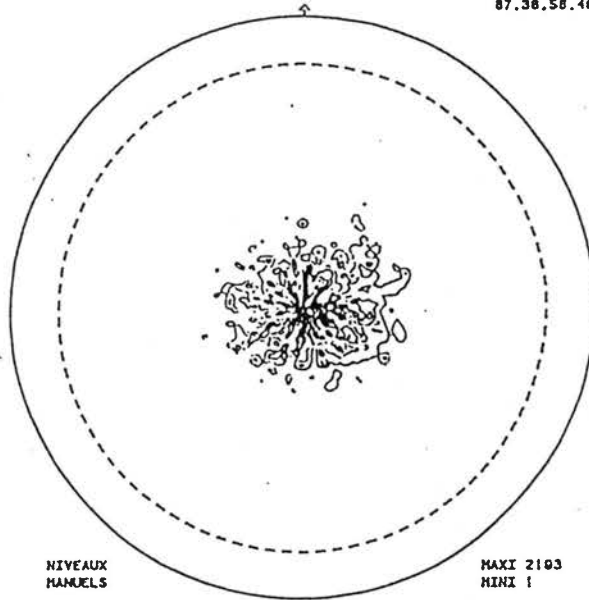


figure 39-b : Diagrammes  $\theta$ - $2\theta$  réalisé sur la zone III à  $\chi = 0^\circ$   
 ( Zr pc / Al / Zircone-mullite ).



TAHANI Zr lhor.1 (00.2)  
MANIP : :1:2120

LM2P  
Ile du Sauley  
57045 METZ  
87.38.58.48



NIVEAUX  
MANUELS

MAXI 2103  
MINI 1

NIVEAU 1 = 100  
NIVEAU 2 = 200  
NIVEAU 3 = 300  
NIVEAU 4 = 400

NIVEAU 5 = 500

DECLIN. MAXI. = 80  
PAS EN DECL. = 2.5  
PAS EN AZIM. = 5

figure 40 : figure de pôle (00.2) du Zirconium à l'interface de liaison du couple Zr pc / Al / Zircone-mullite.

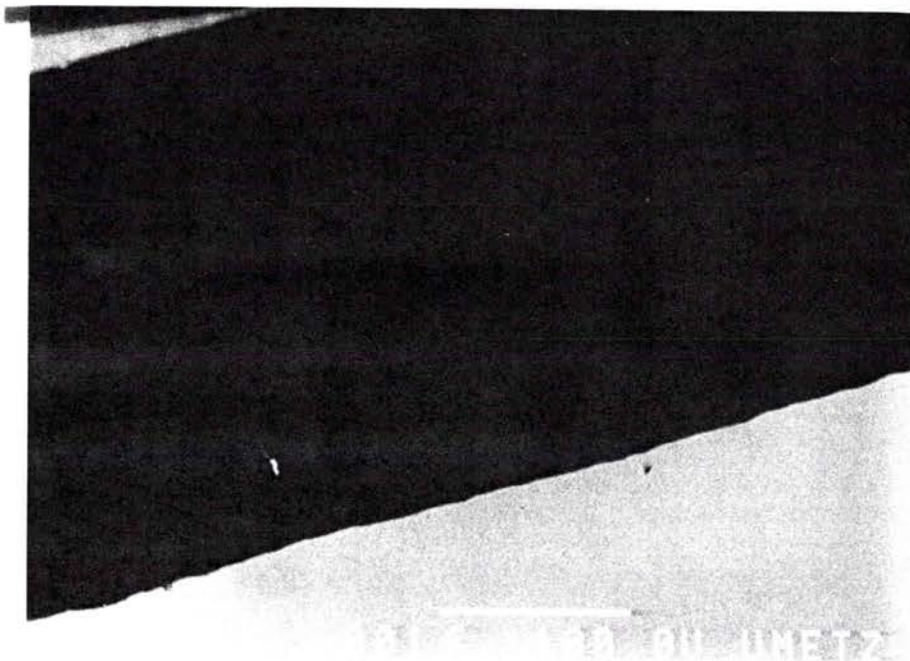
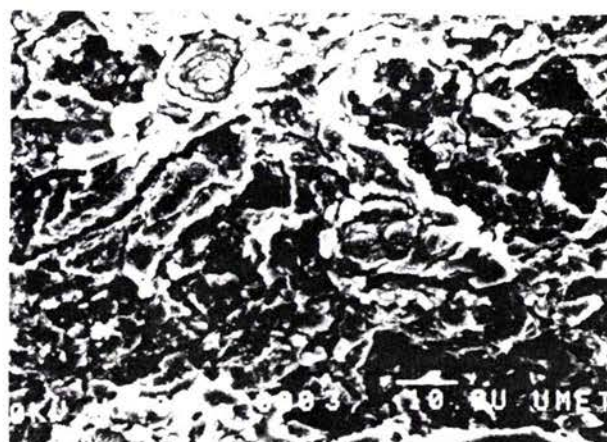


figure 41 : Structures métallographiques de l'assemblage Zr cl / AS1 / Acier.





a- Répartition non uniforme de la phase à l'interface.



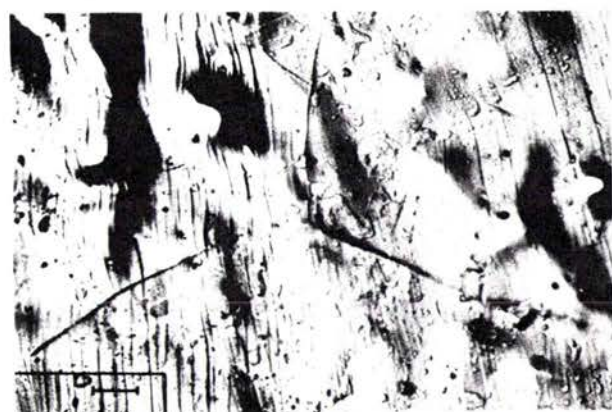
b- fractures de la nouvelle phase.



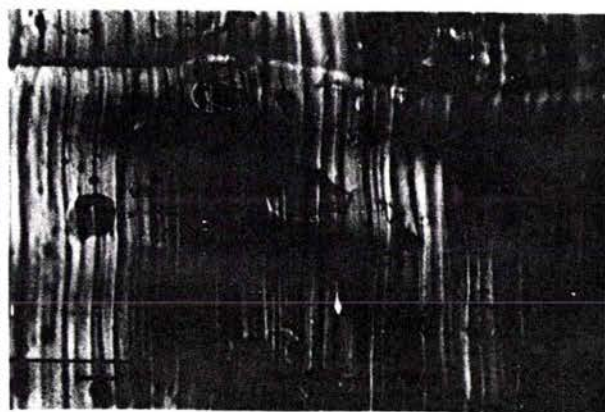
c- G = 200



d- G = 100



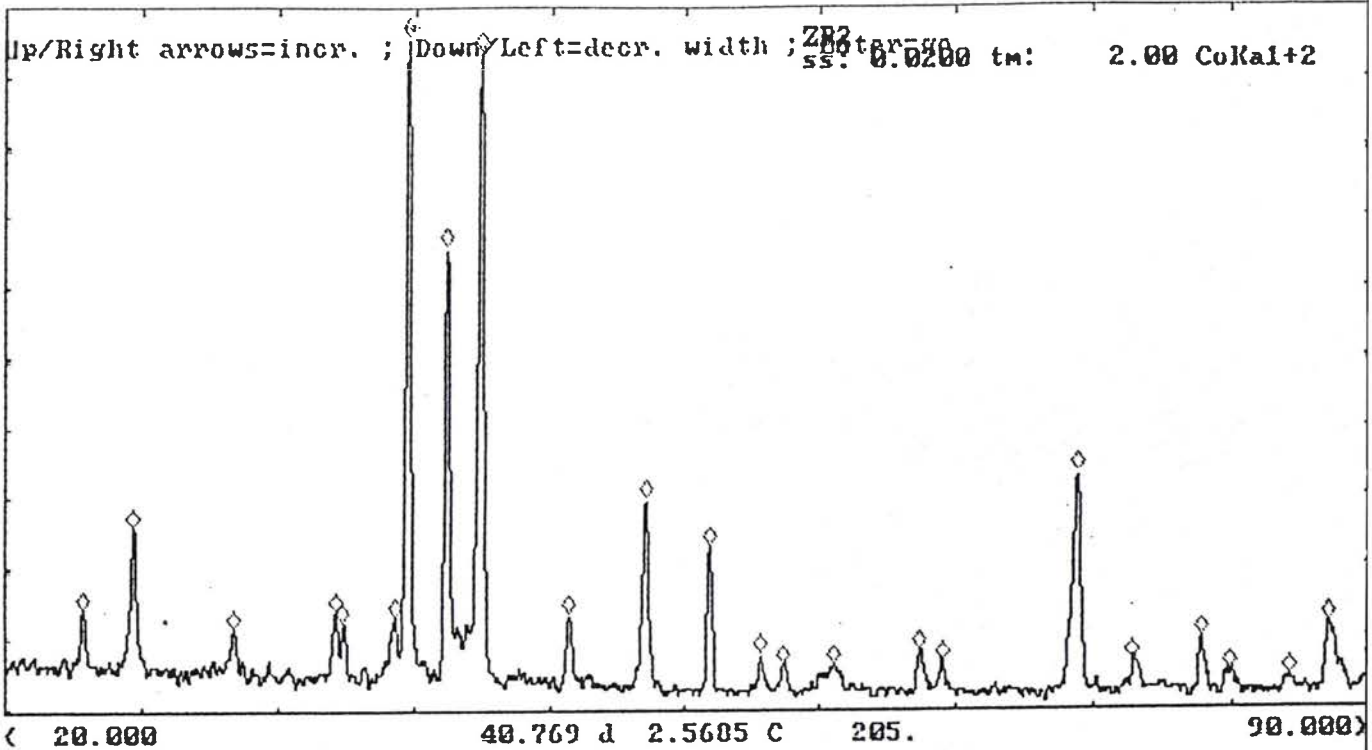
e- G = 500



f- G = 1000

Zone de non réaction de l'aluminium

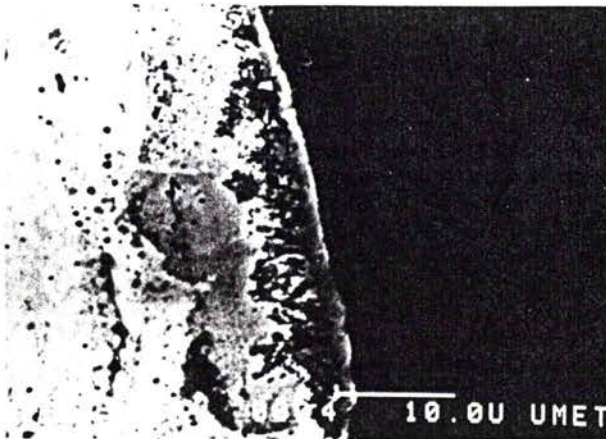
figure 42 : Structures métallographiques du couple Zr cl / A9-5N / Zr cl.



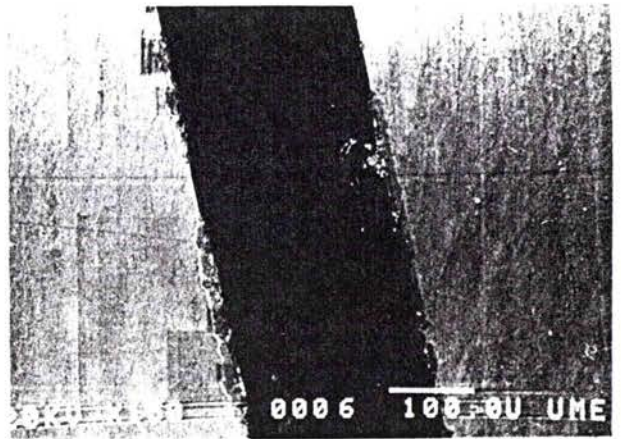
Seq	2theta	d	rel. I	
7	40.650	2.5757	100.00	Zr(00.2)
9	44.390	2.3683	97.94	Al <sub>3</sub> Zr(114)
8	42.658	2.4597	68.96	Zr(10.1)
18	75.372	1.4634	35.05	Zr(10.3)
11	53.047	2.0034	31.11	Al <sub>3</sub> Zr(200)
2	26.516	3.9011	27.27	Al <sub>3</sub> Zr(101)
12	56.347	1.8949	24.15	Zr(10.2)
1	23.948	4.3123	14.90	Al <sub>3</sub> Zr(004)
4	36.873	2.8289	14.67	Al <sub>3</sub> Zr(110)
10	49.011	2.1569	14.12	Al <sub>3</sub> Zr(008)
6	39.972	2.6175	13.71	Al <sub>3</sub> Zr(105)
5	37.301	2.7976	12.95	Zr(10.0)
23	88.014	1.2877	12.39	Zr(00.4)
3	31.637	3.2820	11.98	Al <sub>3</sub> Zr(103)
20	81.609	1.3691	10.45	Zr(11.2)
16	67.269	1.6152	8.92	Zr(11.0)
13	59.011	1.8165	8.19	Al <sub>3</sub> Zr(204)
17	68.462	1.5904	7.04	Al <sub>3</sub> Zr(215)
19	78.132	1.4196	6.99	Al <sub>3</sub> Zr(220)
14	60.220	1.7834	6.87	Al <sub>3</sub> Zr(211)
15	62.857	1.7157	6.73	Al <sub>3</sub> Zr(108),(213)
21	83.077	1.3491	5.49	Zr(20.1)
22	86.044	1.3113	4.53	

figure 43 : Diagramme  $\theta$ - $2\theta$  réalisé sur l'interface Zr cl / A9-5N après rupture.

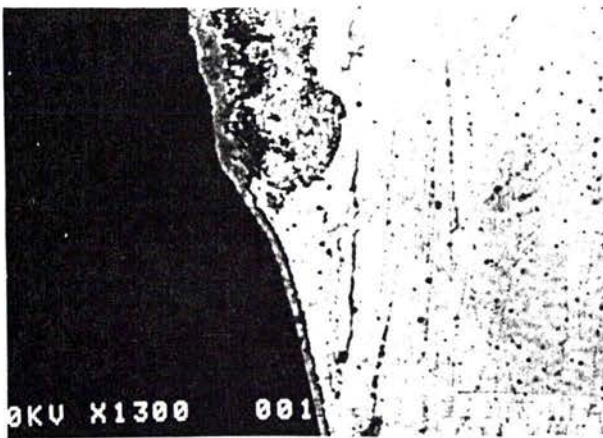




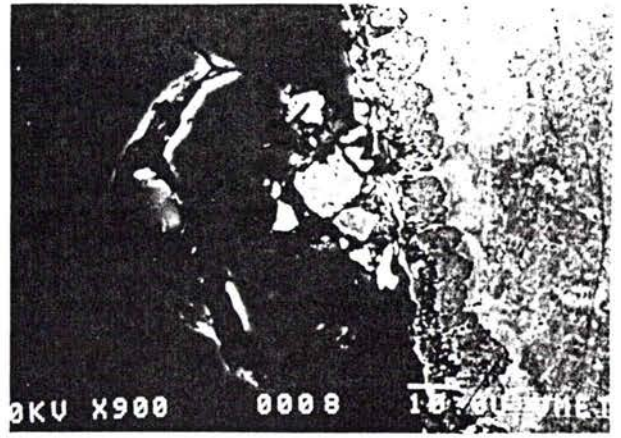
a- Zone de réaction à l'interface.



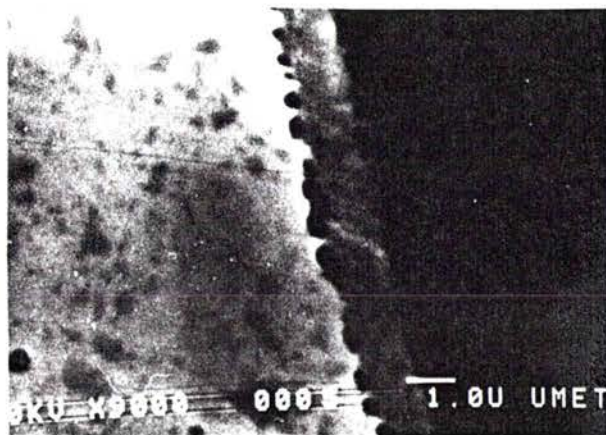
b- Vue générale de la liaison.



c- phases discontinues sur l'interface.



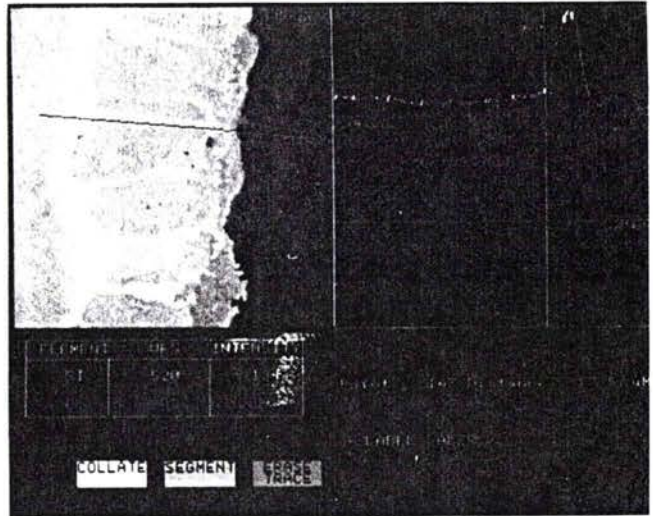
d- Défaut au niveau de l'aluminium.



e- Zone de formation du silicium.

figure 44 : Structures métallographiques de l'interface du couple Zr cl / AS1 / Zr cl.

a- présence de deux phases  
à l'interface.



b- présence d'une seule phase  
à l'interface.



figure 44 : Profils de concentration de l'assemblage  
Zr cl / AS1 / Zr cl.

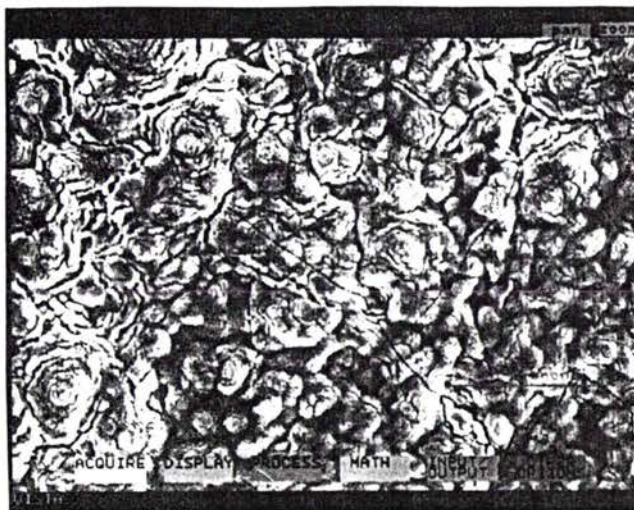
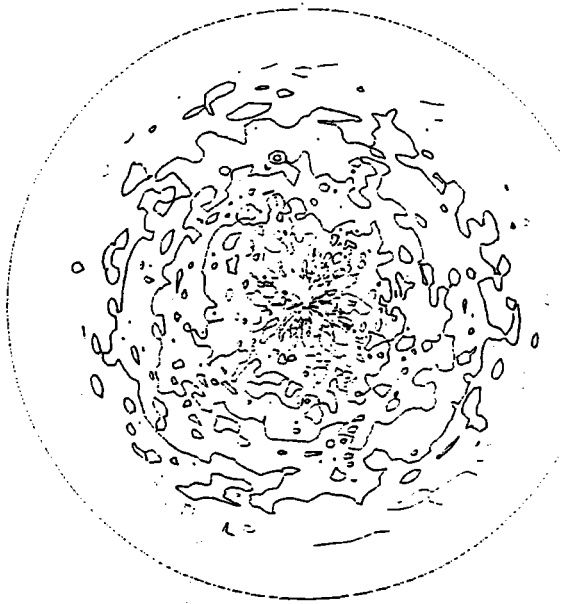


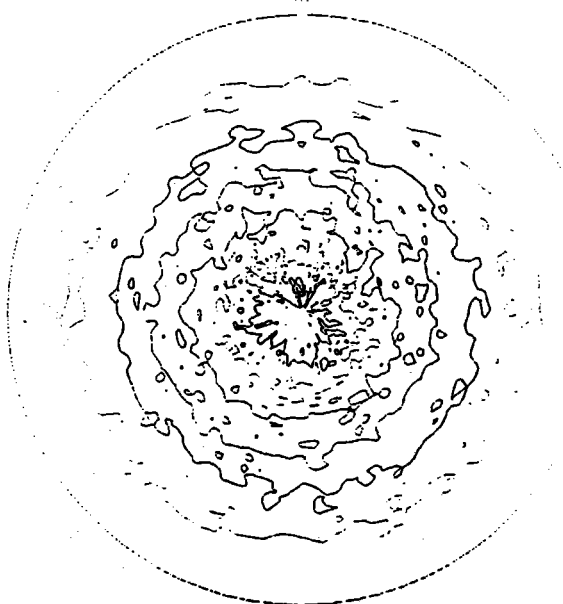
figure 45 : Fractures de la phase  $Zr_3Al$  ( Zr cl / A9-5N / Zr cl ).

Sample : Zr c1 (Al3 Zr) printed on 19-Apr-1993 07:34  
POLE FIGURE: 101  
0.50 0.75 1.00 1.25 1.50  
Reference axis: -

Sample : Zr c1 (Al3 Zr) printed on 19-Apr-1993 07:43  
POLE FIGURE: 200  
0.50 0.75 1.00 1.25 1.50 1.75  
Reference axis: -



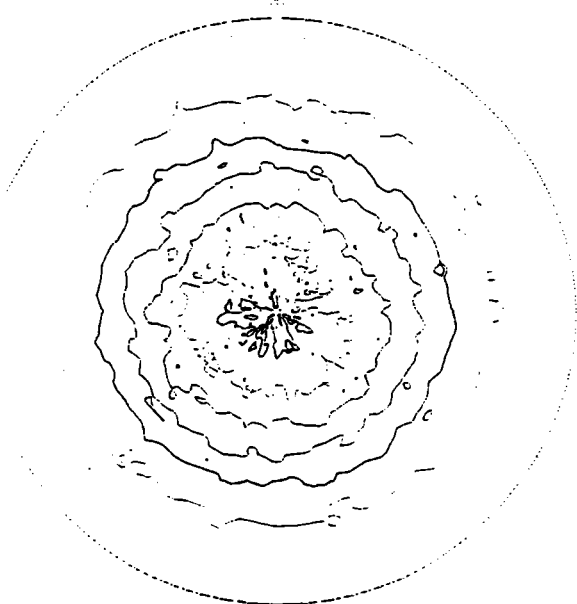
**a- figure de pôle (101)**



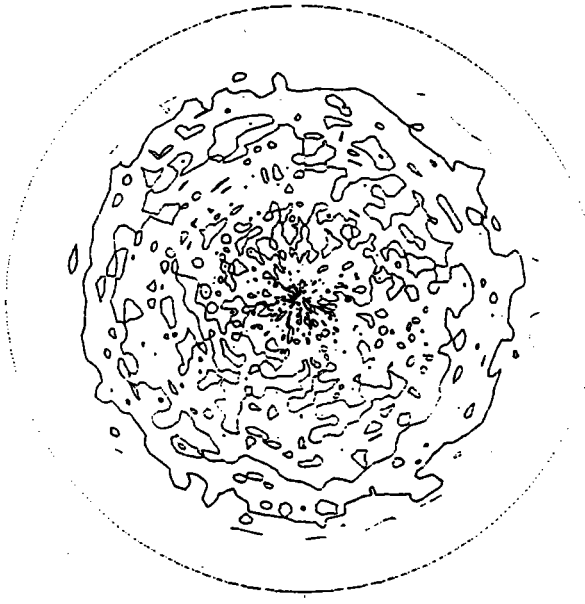
**b- figure de pôle (200)**

Sample : Zr c1 (Al3 Zr) printed on 19-Apr-1993 07:36  
POLE FIGURE: 114  
0.50 0.75 1.00 1.25 1.50 1.75  
Reference axis: -

Sample : Zr c1 (Al3 Zr) printed on 19-Apr-1993 07:49  
POLE FIGURE: 220  
0.50 0.75 1.00 1.25 1.50 1.75  
Reference axis: -



**c- figure de pôle (114)**



**d- figure de pôle (220)**

**figure 46 : texture de la phase Al<sub>3</sub>Zr.**



## **2- BRASAGE:**

### **2-1 Paramètres et caractéristiques des liaisons :**

#### **a- Couples réalisés:**

Les couples réalisés selon la méthode de brasage réactif sont présentés sur le tableau XVII .

Tous les métaux de base présentent une texture, soit pôle central, soit pôle transversal.

Pour le couple Zy PC /  $ZrO_2+Al_2O_3$  il n'a pas été obtenu de liaison du fait de la rupture de l'interface.

#### **b- Paramètres de brasage :**

Les métaux d'apport Ag-Cu-Ti (cusilaba et ticusil ) présentent un intervalle de solidification ( liquidus-solidus ) proche du transus  $\alpha$ - $\beta$  du titane. Il est de 780 à 815°C pour le cusilaba et de 830 à 850°C pour le ticusil.

La température de brasage est de 840°C pour les couples réalisés avec le métal d'apport cusilaba, et de 900°C pour les autres ( métal d'apport ticusil ).

Les paramètres de brasage sont indiqués dans le paragraphe 1-3 de la deuxième partie.

#### **c- Comportement des liaisons au polissage métallographique :**

Toutes les liaisons ont résisté au polissage à part :

- le couple Zy PT /  $ZrO_2+Al_2O_3$  , pour lequel il existe des fractures dûes au polissage à une dizaine de microns de l'interface Ag-Cu-Ti / Zy . Ces fractures traversent le métal de base, le métal d'apport et la céramique ( voir figure 47 ). La rupture de la céramique est liée à la fragilisation de celle-ci du fait de la formation d'un composé fragile dans la zone de réaction métal d'apport / céramique ( diminution du  $K_{IC}$  ), ce qui favorise la propagation d'un défaut de dimension  $a \geq a_c$  se situant en surface ou peut être en volume.

- Pour le Ti35 PC /  $ZrO_2+Al_2O_3$  : pour environ une distance de 100 microns de l'interface métal d'apport / céramique, il est observé une rupture adhésive de la liaison . Mais pas de fracture, ce qui nous permet de faire des analyses de part et d'autre de la zone présentant une rupture adhésive. cette rupture adhésive est probablement dûe à la formation de composés fragile dans la zone de réaction.

### **2-2 MODE OPERATOIRE D'ANALYSE APRES LIAISON :**

Le but des investigations est d'évaluer l'évolution de la texture, entre le métal de base et le métal d'apport afin d'essayer de mettre en évidence une relation d'épitaxie ,si elle existe, et d'analyser une texture éventuelle de solidification formée lors de la réalisation des assemblages.

### **a- procédé d'analyse :**

Nous procédons de la même façon que dans le cas de la thermocompression.

Après polissage, nous effectuons une analyse par microsonde à énergie dispersive pour déterminer les éléments en présence. Puis un diagramme  $\theta-2\theta$  est réalisé et enfin nous analysons la texture des différentes phases.

### **b- Attaque métallographique :**

L'attaque métallographique est la même pour les différentes couches analysées . Seule la durée de l'attaque change en fonction des phases existantes .

Le réactif d'attaque est :

5 ml d'acide fluorhydrique  
45 ml d'acide nitrique  
50 ml d'eau

### **c- Présentation des résultats :**

Certains assemblages n'ont pas résisté au polissage mécanique. De ce fait nous avons présenté les résultats des assemblages :

- Ti PT /  $ZrO_2+AL_2O_3$        $T_b = 900^\circ C$  ( métal d'apport Ticusil )
- Ti PT /  $ZrO_2+AL_2O_3$        $T_b = 840^\circ C$  ( métal d'apport Cusilaba )
- Ti35 PC /  $ZrO_2+AL_2O_3$        $T_b = 900^\circ C$  ( métal d'apport Ticusil ).

$T_b$  : température de brasage.

Nous présentons des couples dont la température de brasage est supérieure à la température de transus  $\alpha-\beta$  , donc la structure varie dans ce cas. De ce fait, on essaie d'analyser la transformation de texture pour ces couples due à la transformation de phase dans le métal de base.

Il y a également un couple dont la température de liaison est légèrement inférieure à celle du transus  $\alpha-\beta$  .La phase  $\alpha$  est normalement conservée dans ce cas.

## 2-3 RESULTATS ET INTERPRETATIONS :

### 1- Attaque métallographique :

Pour le couple  $Ti35\text{ PC} / ZrO_2+Al_2O_3$  (  $T_b = 900^\circ\text{C}$  ), la planche II montre les différentes couches observées en réalisant les investigations micrographiques à partir du métal de base vers le métal d'apport et également à l'interface côté céramique, du fait de la rupture adhésive survenue pendant le polissage à l'interface métal d'apport /céramique. On a analysé cette plaque qui fait environs 100 microns d'épaisseur.

Les micrographies présentées par la figure 48 ont été réalisées du côté de l'interface  $AgCuTi$  / céramique. On remarque des bandes parallèles tout le long de cette surface, ce sont des faciès de rupture.

Du côté métal de base, des micrographies ont été réalisées sur différentes couches en allant du titane vers  $AgCuTi$ . La figure 49 montre que la structure du titane change aux environs de quelques microns de l'interface, elle se transforme en platelets  $\alpha$ . Ceci est dû au fait que la température de brasage, est supérieure à celle du transus  $\alpha-\beta$  du titane. Une autre couche est ensuite enlevée, on remarque que le titane est entouré d'une autre phase. D'autres phases apparaissent en allant vers le métal d'apport  $AgCuTi$ . Du fait que l'interface est formée de plusieurs phases ( figures 49 et 54 ), des difficultés peuvent apparaître lors de la mesure des textures.

Pour le couple  $Ti\text{ PT} / ZrO_2+Al_2O_3$  (  $T_b = 900^\circ\text{C}$  ), on remarque qu'il est identique à l'assemblage  $Ti35\text{ PC} / ZrO_2+Al_2O_3$  (  $T_b = 900^\circ\text{C}$  ). Une seule différence existe entre les deux couples c'est la texture initial du titane. Donc les micrographies des deux assemblages sont identiques.

Pour le couple  $Ti\text{ PT} / ZrO_2+Al_2O_3$  (  $T_b = 840^\circ\text{C}$  ), les figures 66-a, 66-b et 66-c, montrent les différentes structures de l'interface Titane / métal d'apport.

La température de liaison est légèrement inférieure à celle du transus  $\alpha-\beta$  pour le titane pur, du fait de la diffusion du cuivre dans le titane, la température de transformation  $\alpha-\beta$  diminue et atteint celle de la liaison. Ceci explique le changement de la morphologie ( aiguilles) du métal de base près de l'interface ( voir figure 66-a ).

On remarque l'eutectique  $Ag-Cu$  au bord de cette assemblage du fait de l'effet de bord du au polissage, voir figures 66-b et 66-c.

### 2- Analyse par microsonde à énergie dispersive :

En ce qui concerne le premier couple, l'analyse par microsonde à énergie dispersive montre:

- la présence de zirconium, de titane et d'oxygène au niveau de la céramique.



Donc il y a, soit migration du titane vers la céramique, soit une réaction chimique du type échange ou autres qui s'est produite à ce niveau, voir figure 53.

- on observe des bandes dues à la rupture tout le long de la surface de la céramique. Cette surface comporte des reliefs avec des pics et des creux. Au niveau des pics, l'analyse a montré la présence d'une grande quantité de titane avec une légère quantité de cuivre et d'argent. La quantité de cuivre et d'argent augmente au niveau des creux, voir spectres a et b de la figure 52.

- côté métal de base, on observe une légère dénivellation de l'ordre de 0,04 mm due au polissage.

L'analyse est effectuée en différents points de cette dénivellation, en commençant par sa partie supérieure.

Sur le premier point d'analyse, il y a présence du titane (avec une légère quantité d'argent et de cuivre). La quantité d'argent et de cuivre augmente au détriment du titane tout le long des autres points d'analyse, voir spectres de la figure 51.

Au niveau du dernier point d'analyse le titane est presque inexistant.

On remarque que la quantité de titane présente dans le métal d'apport migre vers la céramique, il y a réaction chimique à ce niveau, ce qui peut expliquer la liaison entre céramique et métal d'apport. Sur l'interface métal d'apport-métal de base il y a réaction chimique entre le titane et les éléments argent et cuivre du métal d'apport.

Pour le couple **Ti PT / ZrO<sub>2</sub>+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** ( **T<sub>b</sub> = 840°C** ) :

La première analyse est effectuée sur la zone centrale de la figure 66-a.

La deuxième et troisième analyses sont effectuées sur les zones II et III de la figure 66.

Sur le premier point, nous observons la présence de titane et de cuivre avec une légère quantité d'argent. Donc il y a dissolution du titane dans le cuivre (voir figure 66-a).

Le troisième point d'analyse montre l'existence de l'argent et une légère quantité de cuivre.

Ces analyses ont été effectuées sur l'interface métal de base-métal d'apport. Du fait du polissage de l'éprouvette, la matière s'enlève plus sur les bords des échantillons qu'au milieu. C'est pour cela que sur une même micrographie, différentes phases sont observées.

### **3- Diagramme $\theta-2\theta$ :**

Pour le couple **Ti35 PC / ZrO<sub>2</sub>+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** ( **T<sub>b</sub> = 900°C** ) :

Les diagrammes  $\theta-2\theta$  ont été effectués sur les différentes zones de la plaque. Pour chaque mesure le plan de déclinaison est différent afin d'avoir la certitude de pouvoir obtenir les conditions de diffraction pour toutes les phases

pouvant exister dans la zone analysée.

Le tableau suivant illustre les différentes phases mises en évidence par les diagrammes  $\theta-2\theta$ .

point d'analyse		phases	structures
		Ti	H
	côté	Ag	CFC
	métal de base	Ti <sub>3</sub> Cu <sub>4</sub>	T
plaque		Cu	CFC
décollée		AgTi <sub>3</sub>	T
		Ti	H
	côté	Ag	CFC
	céramique	Cu <sub>3</sub> Ti	Ort
		Ti <sub>3</sub> Cu <sub>4</sub>	T
		Cu	CFC
Céramique		ZrO <sub>2</sub>	T

tableau XVI : phases probables\* suivant les diagrammes  $\theta-2\theta$  des interfaces de la liaison Ti<sub>35</sub> PC / ZrO<sub>2</sub>+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (T<sub>b</sub> = 900°C).

- H : hexagonale
- C F C : cubique faces centrées
- T : tétragonal
- Ort : orthorombique

\* pour certaines phases, il y a présence d'un seul pic sur les diagrammes  $\theta-2\theta$ .

En général sur les interfaces métal de base-métal d'apport et métal d'apport-céramique, on observe la présence de plusieurs phases ( Ti; Ag; Cu; Ti<sub>3</sub>Cu<sub>4</sub>; Cu<sub>3</sub>Ti; AgTi<sub>3</sub> et ZrO<sub>2</sub> ). Pour ces phases il est impossible de réaliser une analyse de texture puisque les couches sont d'épaisseur faible et que la détermination d'une texture nécessite un nombre très important de grains . Donc sur chaque couche pour laquelle il existe plusieurs phases, la mesure de la texture d'une phase n'est pas représentative.

Au niveau de l'interface métal de base - métal d'apport du couple Ti PT / ZrO<sub>2</sub>+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ( T<sub>b</sub> = 900°C ), l'analyse montre l'existence des phases suivantes ( voir figure 62 ) :

- Titane ( structure hexagonale )
- Ti<sub>3</sub>Cu<sub>4</sub> ( structure tétragonale )
- Argent ( structure cubique faces centrées )

Les paramètres de brasage et les matériaux sont identiques à ceux de l'assemblage précédent . De ce fait une seule analyse est effectuée. Les autres couches vont nous révéler les mêmes phases que précédemment.

Pour le couple **Ti PT / ZrO<sub>2</sub>+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** ( **T<sub>b</sub> = 840°C** ), un diagramme  $\theta$ - $2\theta$  représenté par la figure 67, est effectué sur le métal de base à quelque microns de l'interface métal de base-métal d'apport. Il nous montre l'existence des phases suivantes :

- Titane ( structure hexagonale )
- Argent ( structure cubique à faces centrées )
- AgTi<sub>3</sub> ( structure tétragonale )
- Ti<sub>3</sub>Cu<sub>4</sub> ( structure tétragonale )

Ces phases ont été observées pour les trois types d'assemblage.

#### 4- Textures :

Après la décohésion adhésive, on a réalisé une mesure de texture sur la céramique , voir figure 61. On remarque une absence de texture . De ce fait on se limite à l'étude de l'orientation des différentes phases à l'interface métal de base /AgCuTi.

Dans le cas du couple **Ti<sub>35</sub> PC / ZrO<sub>2</sub>+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** ( **T<sub>b</sub> = 900°C** ), le métal de base présente une texture du type pôle central. Au niveau de l'interface métal de base-métal d'apport , la texture du titane est mesurée (voir figures 56-a et 56-b).

D'après ces figures, la texture pôle central de la solution solide du titane hexagonal à l'interface de liaison est complètement détruite du fait que la température de brasage est supérieure à la température de transus  $\alpha$ - $\beta$  du titane. Donc la solution solide du titane hexagonal s'est transformée en titane de structure cubique pendant l'assemblage.

Lors de la solidification du joint brasé au niveau de la zone de dissolution les solutions solides de titane se solidifient sans orientation préférentielle.

Nous avons mesuré les figures de pôles des nouvelles phases mises en évidence par la diffraction des rayons X ( Ti<sub>3</sub>Cu<sub>4</sub> et Ag ) voir figures 57, 58 et 59. Ces figures de pôles sont inexploitable. Probablement cela est dû au faible volume de ces phases par rapport à la matrice.

La méthode de mesure d'orientation par le goniomètre de texture ne peut être réalisée dans ce cas , alors on a choisi une autre méthode qui nous donne l'orientation grain par grain grâce à l'EBSP.

La seule conclusion qu'on peut tirer de la mesure des figures de pôle est la perte de texture marquée du titane  $\alpha$  au profil d'une texture comportant plusieurs composantes correspondant au plattellets  $\alpha$ . Donc , il est difficile de conclure dans ce cas .

d'après la figure 54, on remarque la naissance de plusieurs phases l'une à côté de l'autre . On a voulu mesurer l'orientation de ces phases l'une par rapport à l'autre grâce à l'EBSP.

Le diagramme de KIKUCHI d'une seule phase a pu être mis en évidence,

c'est la phase  $\text{Cu}_4\text{Ti}_3$ . De ce fait l'orientation de cette phase par rapport à d'autres n'a pu être mesurée.

L'une des hypothèses qu'on peut énoncer du fait des problèmes rencontrés lors de ces mesures est la présence de contraintes résiduelles.

Pour le deuxième couple analyser (  $\text{Ti PT} / \text{ZrO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$  ;  $T_b = 900^\circ\text{C}$  ), qui est identique au précédent, on rencontre les mêmes problèmes qu'ultérieurement. La texture du titane est complètement détruite ( voir figures 63 et 64 ).

La mesure de la figure de pôle (200) de l'argent à l'interface ( figure 65 ), montre et confirme bien qu'il ne peut exister d'orientation préférentielle de l'argent vis à vis du métal de base.

Pour l'assemblage  $\text{Ti PT} / \text{ZrO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$  (  $T_b = 840^\circ\text{C}$  ) le titane présente une texture du type pôle travers avant assemblage.

Les figures de pôle (01.1) et (00.2) du titane effectuées sur la structure aiguillée nous montre la transformation de texture subie par le titane au niveau de l'interface (figures 68 et 69 ). Donc même si la température de brasage est inférieure à celle du transus  $\alpha$ - $\beta$ , on remarque la formation de platellets de titane  $\alpha$  à l'interface. Ceci est dû au fait que la diffusion des composés Cuivre et Argent qui sont des  $\beta$ -gène diminue le point de transus  $\alpha$ - $\beta$ .

La poursuite dans ce cas des études d'orientation est sans intérêt avec les deux méthodes choisies ( Goniomètre de texture et l'EBSP), puisque la texture du titane  $\alpha$  est détruite et la texture de solidification de l'alliage de titane formé par réaction avec le métal d'apport, n'est pas bien marquée. Comme on vient de voir dans les autres liaisons brasées, la mesure de texture des phases qui se forment au niveau de l'interface n'est pas réalisable dans notre cas. Elles sont minoritaires par rapport à la matrice donc ce n'est pas possible de faire les mesures par le goniomètre de texture et il y'a trop de contraintes résiduelles pour qu'on puisse les observer par l'EBSP.

## 2-4 CONCLUSION :

Suivant les liaisons réalisées par brasage réactif, deux types de métaux d'apport sont utilisés ( le Ticusil et le Cusil-aba ) leurs points de fusion nous imposent deux températures de liaison :

- Une température qui dépasse le transus  $\alpha$ - $\beta$  du titane ce qui provoque une destruction de la texture initiale. Au niveau de l'interface côté titane des platellets  $\alpha$  se forment, la texture à ce niveau n'existe plus. Ceci peut être expliqué par la multiplicité des phénomènes qui se produisent à ce niveau. On peut citer parmi elles, la formation des différentes phases, le phénomène de diffusion des différents éléments, les paramètres de brasage.....

La mesure de texture des différentes phases qui se forment à l'interface de la liaison par le goniomètre de texture n'est pas exploitable, dans la mesure où on se heurte aux problèmes liés à la statistique de mesure ( le pourcentage en volume de

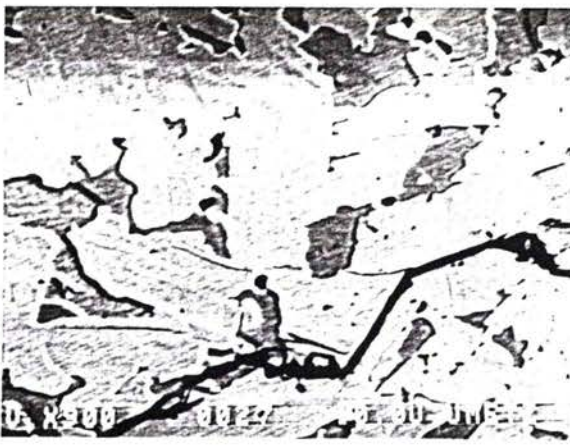
chaque phase est très inférieur par rapport à celle de la matrice ).

Par EBSD, on a pu mettre en évidence uniquement l'orientation de la phase  $\text{Cu}_4\text{Ti}_3$  , les autres phases présentent des contraintes internes, ce qui peut expliquer le fait qu'on a pas pu obtenir de mesures.

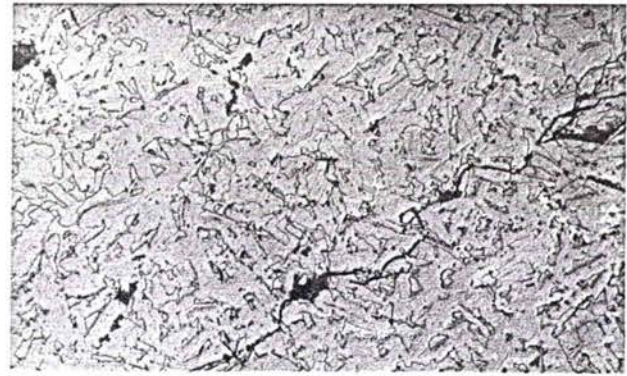
Au niveau de l'interface côté céramique les figures de pôle mesurées montrent qu'il n'y a pas de texture à ce niveau.

- Une température qui est légèrement inférieure à celle du transus  $\alpha$ - $\beta$  du titane. Dans ce cas également il y a un changement de morphologie du titane à l'interface de la liaison. Ce changement est dû aux phénomènes de diffusion des éléments bétagène qui abaissent la température de transus  $\alpha$ - $\beta$  du titane. Dans ce cas également la texture initiale du titane disparaît au profit d'une orientation aléatoire. Ceci peut être expliqué par les mêmes paramètres cités ultérieurement.

L'étude de l'orientation des différentes phases qui se forment à l'interface par brasage réactif n'est pas réalisable ni par EBSD ni par le goniomètre de texture.



a-



b- G:100

figure 47 : fracture produite pendant le polissage sur le métal de base du couple  
 Zy pt /  $ZrO_2+Al_2O_3$  ( $T_L = 900^\circ C$ ).

Attaque métallographique , 1 à 3 secondes dans :

5 ml HF  
 45ml  $HNO_3$   
 50 ml  $H_2O$

Couples réalisés	Métal d'apport	Température de brasage	Temps	Observations
Ti pt/ $ZrO_2+Al_2O_3$	Ticusil	$900^\circ C$	7mn	-
Ti pt/ $ZrO_2+Al_2O_3$	Cusilaba	$840^\circ C$	20mn	-
Ti35 pc/ $ZrO_2+Al_2O_3$	Ticusil	$900^\circ C$	7mn	rupture adhésive d'une plaque de $100\mu m$ au niveau de l'interface côté céramique. *
Zr pt/ $ZrO_2+Al_2O_3$	Cusilaba	$840^\circ C$	20mn	-
Zy pt/ $ZrO_2+Al_2O_3$	Ticusil	$900^\circ C$	7mn	Rupture pendant le polissage
Zy pc/ $ZrO_2+Al_2O_3$	Cusilaba	$840^\circ C$	20mn	Pas de liaison

\* La rupture adhésive a lieu pendant le polissage.

Tableau xvii: Couples réalisés par brasage réactif.



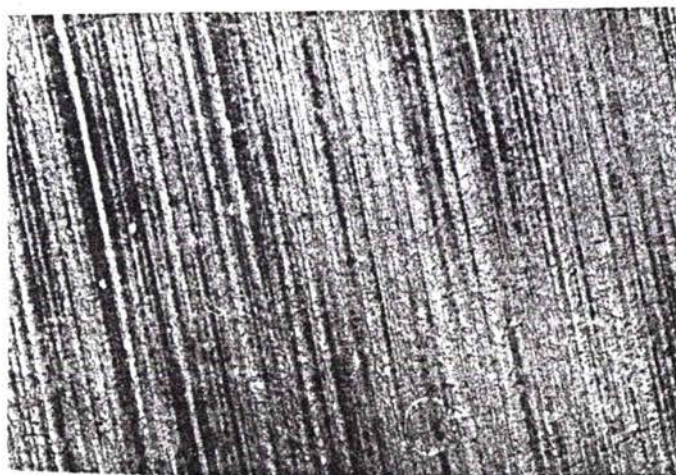
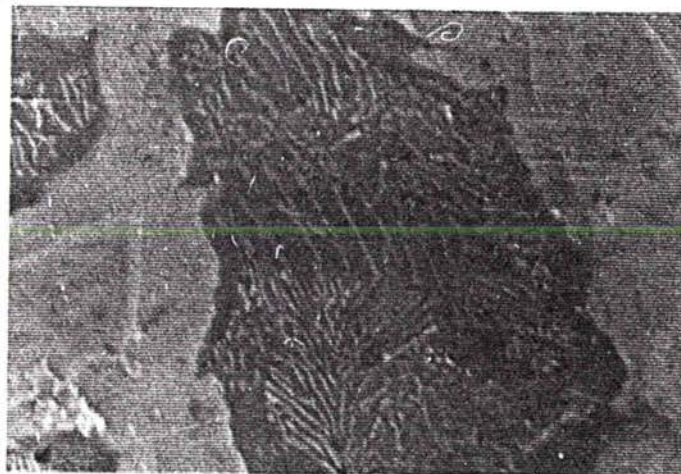


figure 48 : Faciès de rupture (interface céramique /Ag-Cu-Ti ) du couple  $Ti_{35} pc / ZrO_2 + Al_2O_3$  (présence du titane  $\alpha$  le long de l'interface)



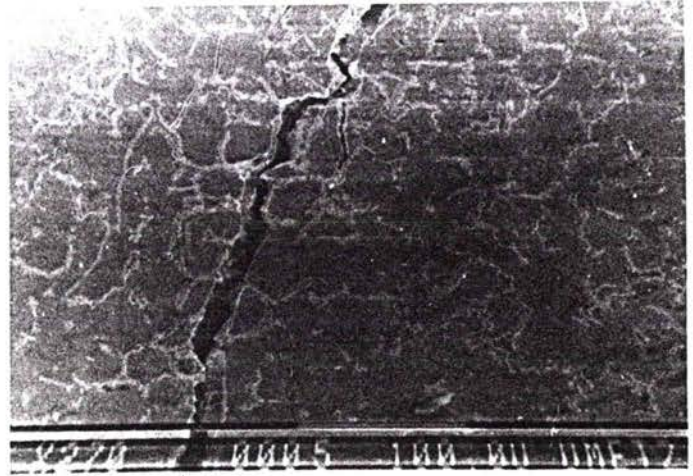
a- Structure métallographique à l'interface côté Titane.  
Présence de plusieurs phases.



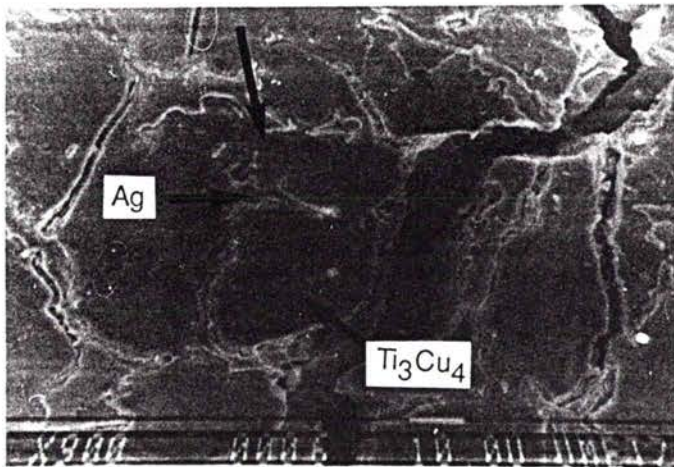
b- Platelets de la phase  $\alpha$  du titane.

figure 49 : Micrographies du couple  $Ti_{35} pc / ZrO_2 + Al_2O_3$  côté titane.

a- Zone centrale de la plaque

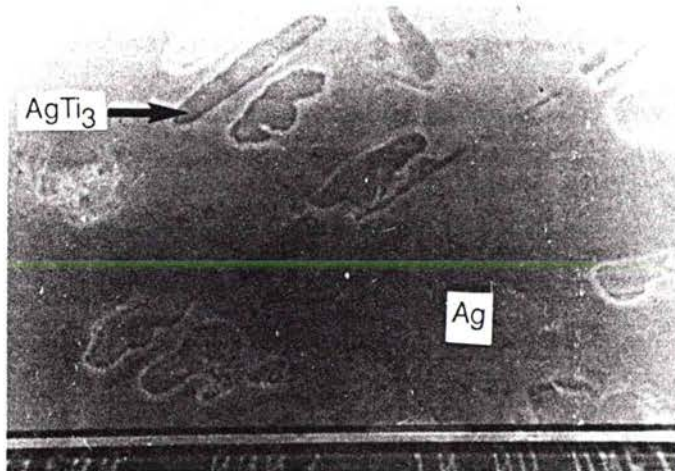


$TiCu_4$



Rupture produite pendant le polissage.

b- Présence de plusieurs phases



c- Zone située au bord de la plaque décollée.

figure 50 : différentes structures métallographiques à l'interface  $Ti_{35}pc / ZrO_2 + Al_2O_3$  ( milieu et bord de la plaque , côté titane).



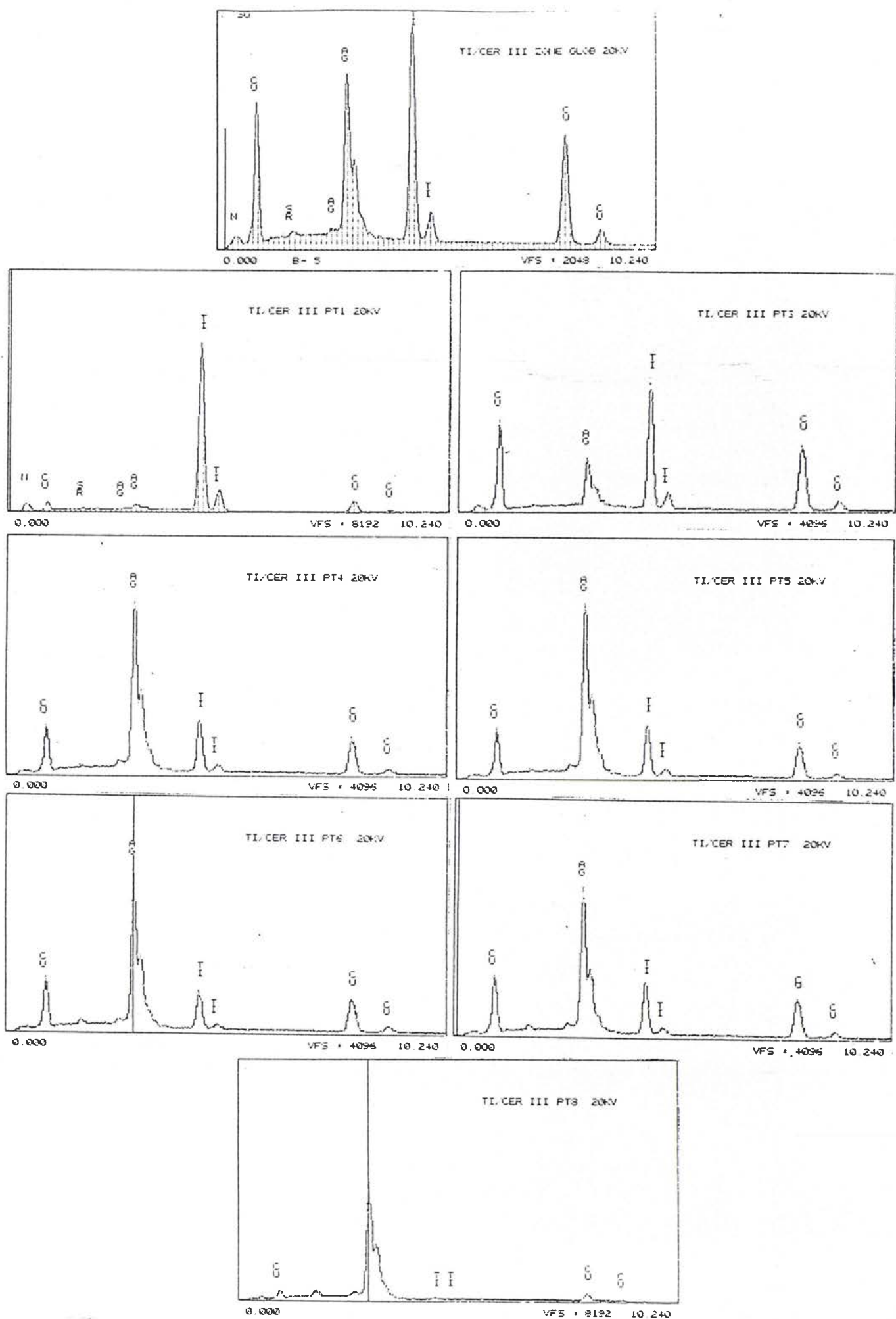


figure 51 : Spectres de microanalyse ponctuelle sur différents points de l'interface métal de base / métal d'apport du couple Ti35 pc / ZrO<sub>2</sub>+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

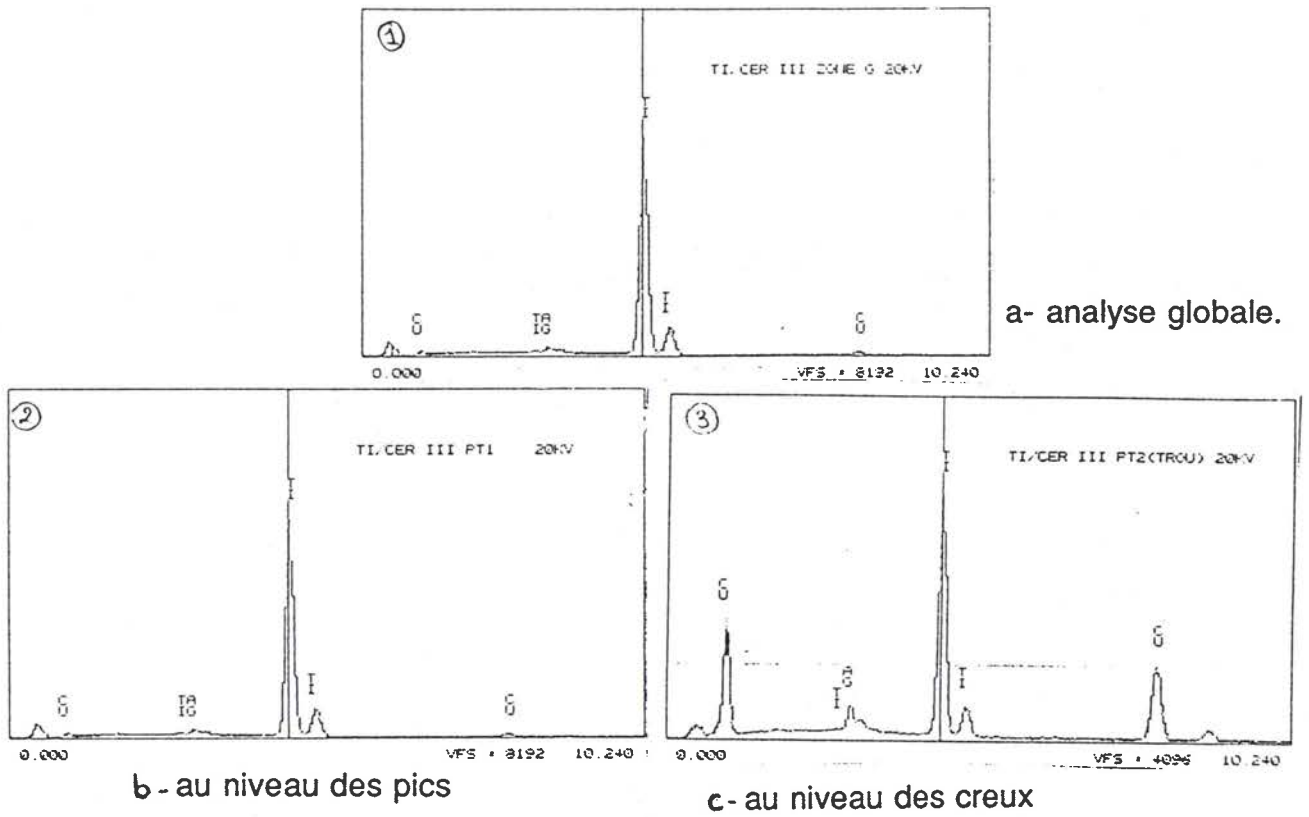


figure 52: Spectres de microanalyse ponctuelle sur deux points de l'interface de la plaque côté métal d'apport du couple Ti35 pc /  $ZrO_2+Al_2O_3$ .

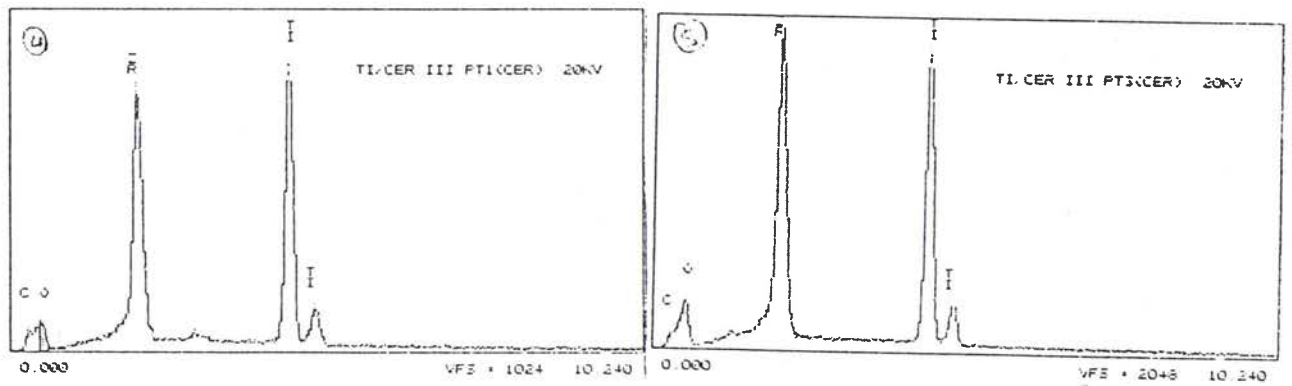


figure 53: Spectres de microanalyse ponctuelle sur deux points de l'interface côté céramique du couple Ti35 pc /  $ZrO_2+Al_2O_3$ .

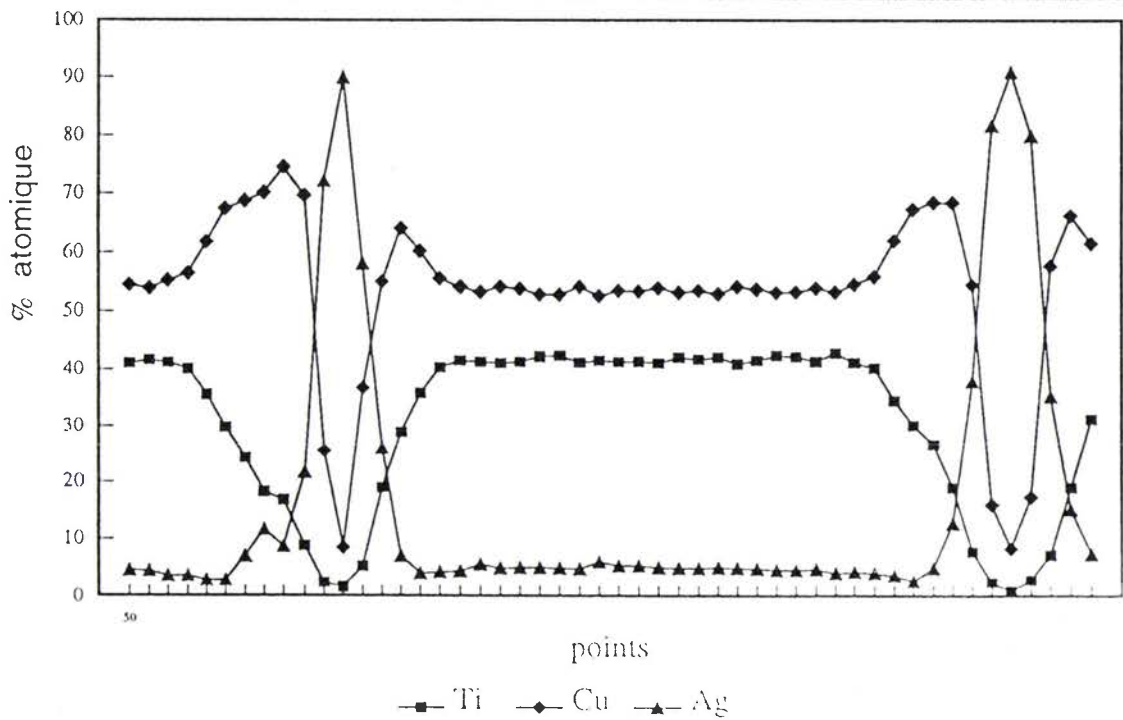
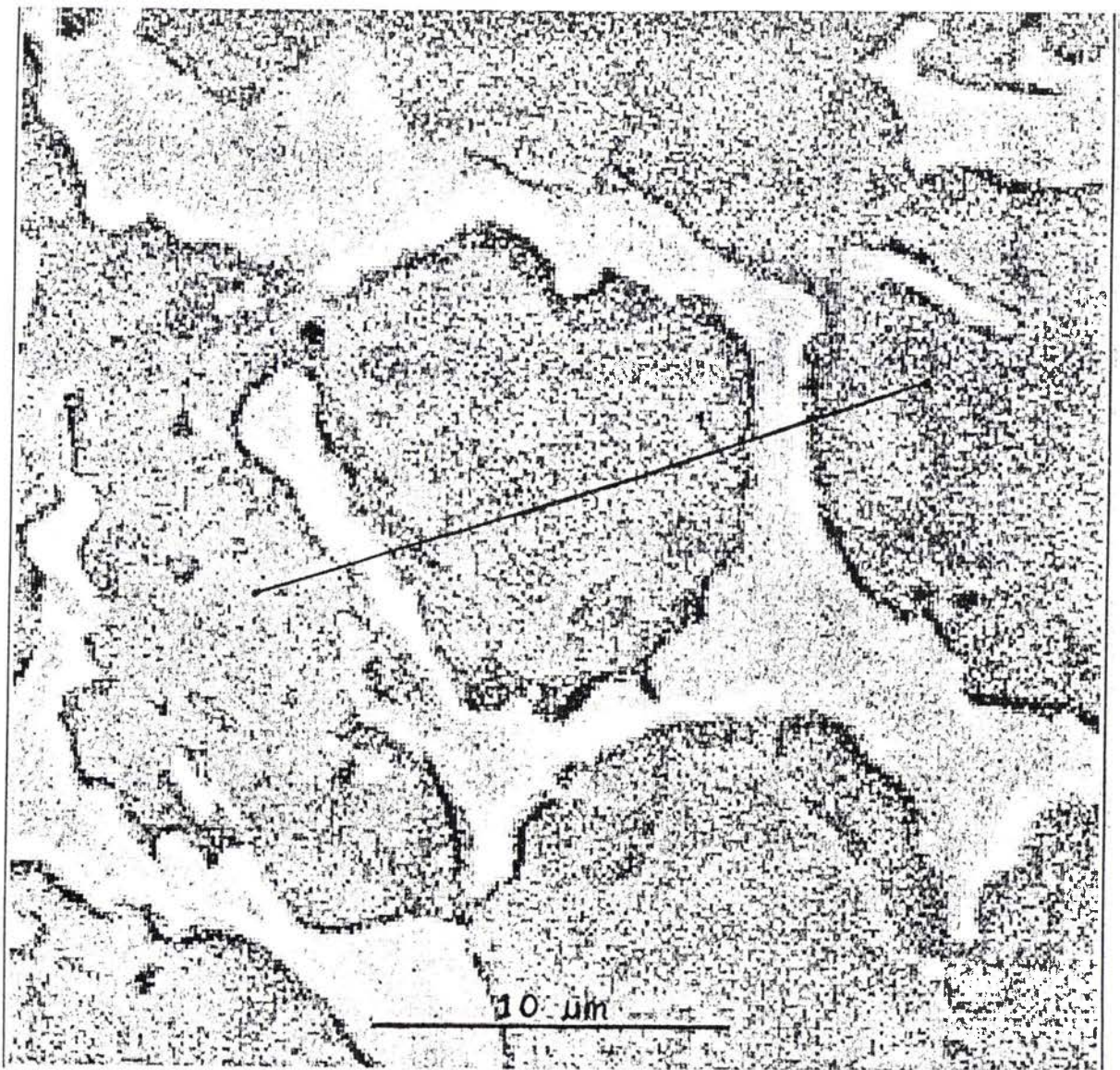


figure 54 : La mise en évidence de plusieurs phases à l'interface  $Ti_{35} pc / ZrO_2 + Al_2O_3$ .



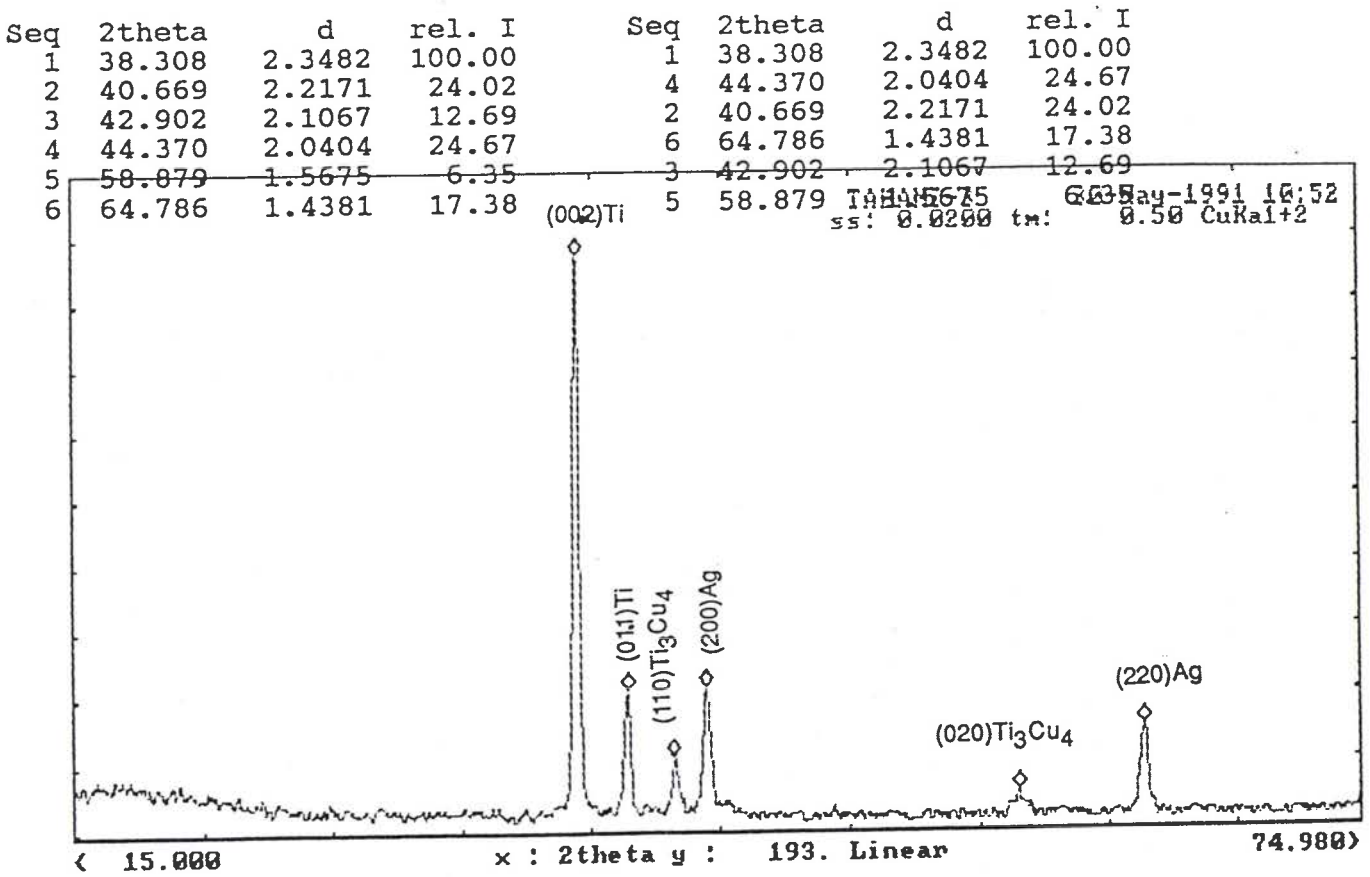


figure 55: Diagramme  $\theta$ - $2\theta$  réalisé près de l'interface côté métal de base du couple Ti35 pc /  $ZrO_2+Al_2O_3$ .

LM2P/Université de METZ  
 Program: TARAMI  
 Sample: TARAMI ECR.: 3  
 printed on 23-Sep-1991 14:02  
 POLE FIGURE: 002 ( $z_c$ )  
 0.50 1.00 1.50 2.00 2.50 3.00 3.50 4.00 4.50  
 Reference axis: RD

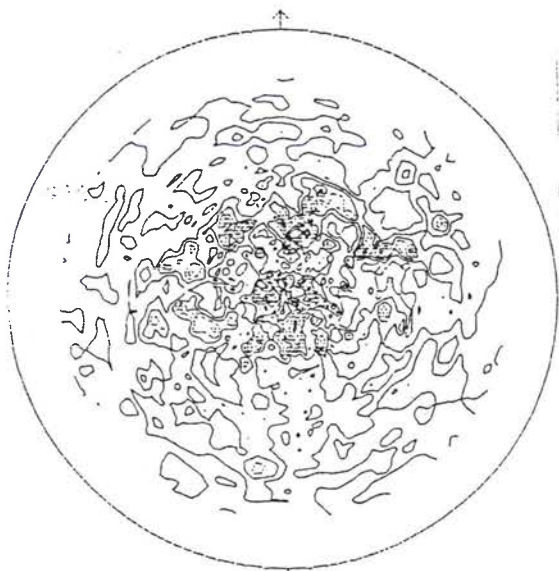


figure 56: figure de pôle (00.2) du titane réalisée sur la plaque côté métal de base.

LM2P/Université de METZ  
 Program: TARAMI  
 Sample: TARAMI ECR.: 3  
 printed on 23-Sep-1991 14:16  
 POLE FIGURE: 011 ( $x_c$ )  
 0.50 1.00 1.50 2.00 2.50 3.00  
 Reference axis: RD

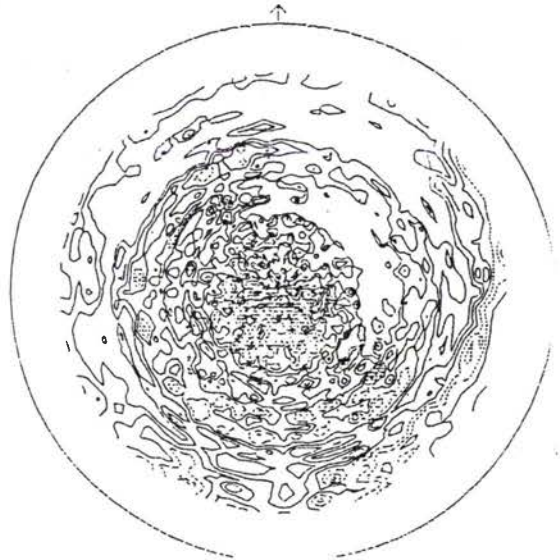


figure 56: figure de pôle (01.1) du titane réalisée sur la plaque côté métal de base.

LM2P/Université de METZ  
Program: TARANI

Sample : TARANI ECU. : 3

printed on 23-Sep-1991 14:51

POLE FIGURE: 017 ( $h_1 k_1 l_1$ )

0.50 1.00 1.50 2.00 2.50 3.00  
Reference axis:  $\Phi$



figure57: figure de pôle (017) de  $\text{Cu}_4\text{Ti}_3$  réalisée sur la plaque côté métal de base.

LM2P/Université de METZ  
Program: TARANI

Sample : TARANI ECU. : 3

printed on 23-Sep-1991 15:17

POLE FIGURE: 0014 ( $h_2 k_2 l_2$ )

0.50 1.00 1.50 2.00 2.50 3.00 3.50  
Reference axis:  $\Phi$

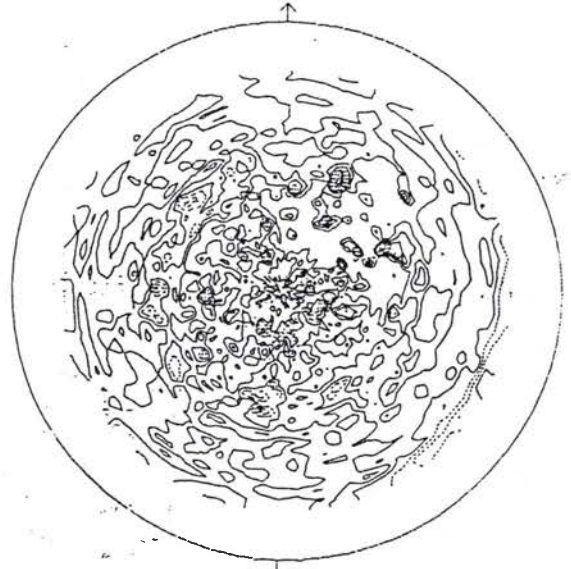


figure58: figure de pôle (0014) de  $\text{Cu}_4\text{Ti}_3$  réalisée sur la plaque côté métal de base.

LM2P/Université de METZ  
Program: TARANI

Sample : TARANI ECU. : 3

printed on 23-Sep-1991 15:05

POLE FIGURE: 200 ( $h_p$ )

0.50 1.00 1.50 2.00 2.50 3.00 4.00  
Reference axis:  $\Phi$

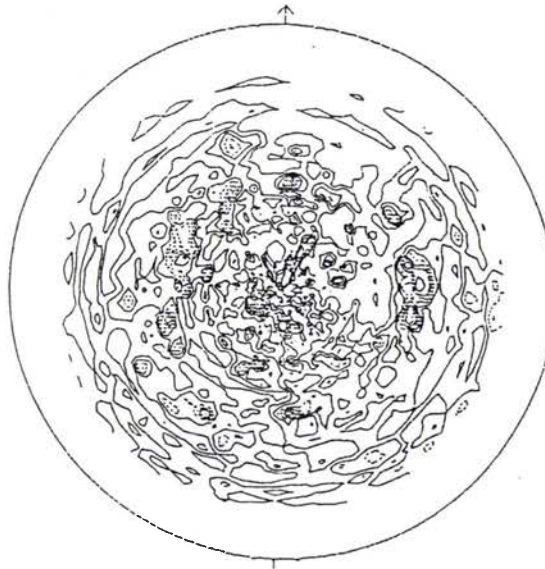


figure59: figure de pôle (200) de l'Argent réalisée sur la plaque côté métal de base.

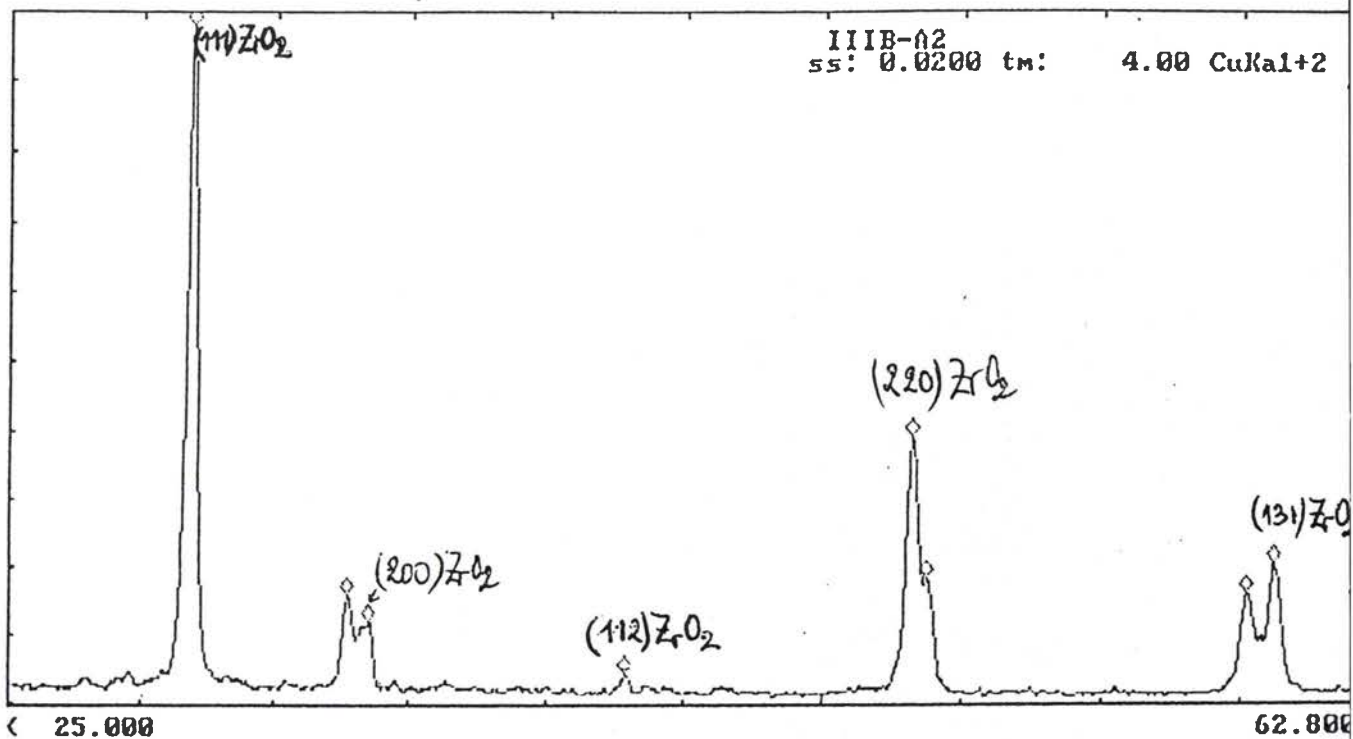
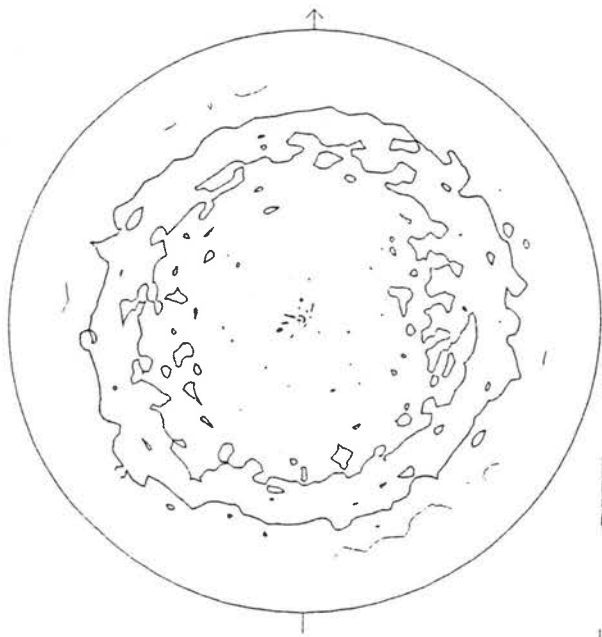


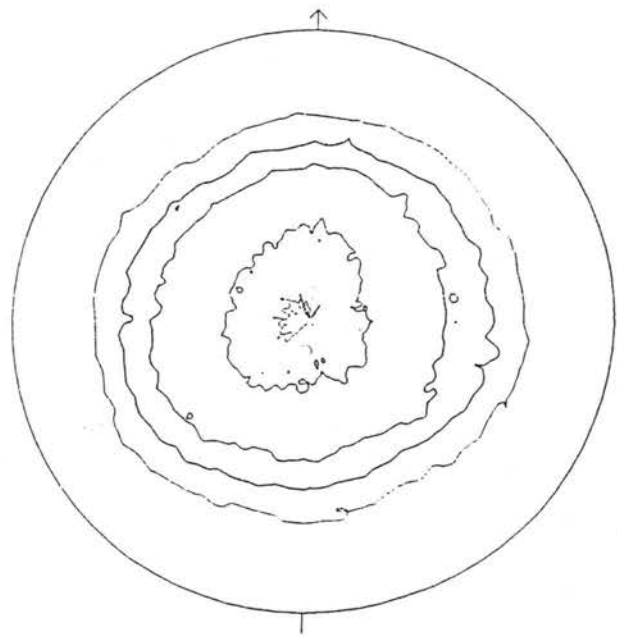
figure 60 : Diagramme  $\theta-2\theta$  réalisé sur la céramique après rupture adhésive.

LMZF/ISGMF-Université de METZ  
Program: TAHANI  
Sample : IIIB(ZrO2) printed on 18-Dec-1992 09:24  
POLE FIGURE: 200  
0.50 0.75 1.00 1.25 1.50 2.00 2.50  
Reference axis: I



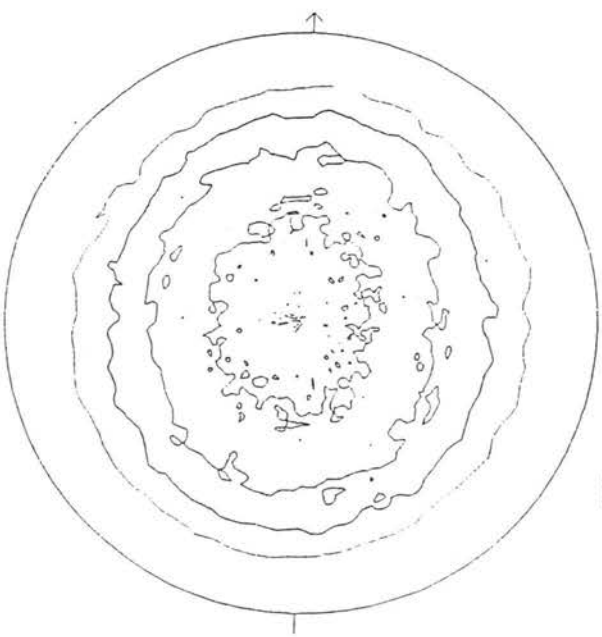
a- figure de pôle (200) de ZrO<sub>2</sub>.

LMZF/ISGMF-Université de METZ  
Program: TAHANI  
Sample : IIIB(ZrO2) printed on 18-Dec-1992 09:19  
POLE FIGURE: 111  
0.50 0.75 1.00 1.50 2.00 2.50  
Reference axis: I



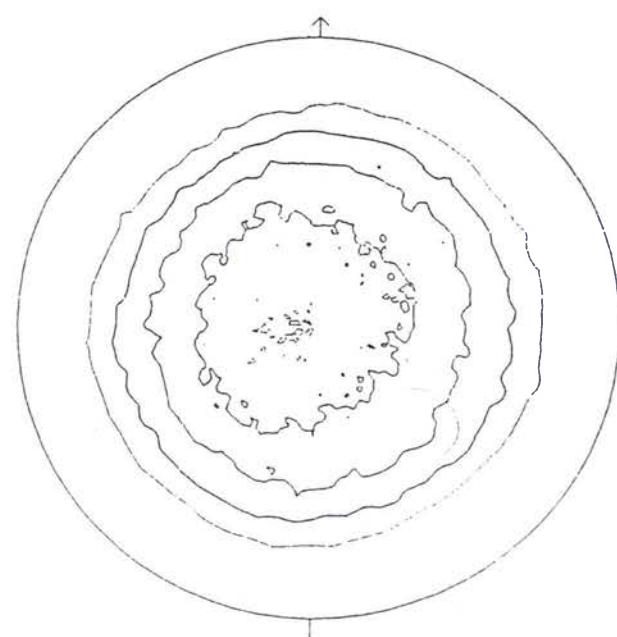
b- figure de pôle (111) de ZrO<sub>2</sub>.

LMZF/ISGMF-Université de METZ  
Program: TAHANI  
Sample : IIIB(ZrO2) printed on 18-Dec-1992 09:34  
POLE FIGURE: 131  
0.50 0.75 1.00 1.25 1.50  
Reference axis: I



c- figure de pôle (131) de ZrO<sub>2</sub>.

LMZF/ISGMF-Université de METZ  
Program: TAHANI  
Sample : IIIB(ZrO2) printed on 18-Dec-1992 09:29  
POLE FIGURE: 202  
0.50 0.75 1.00 1.25 1.50  
Reference axis: I



d- figure de pôle (202) de ZrO<sub>2</sub>.

figure 61 : figures de pôle réalisées sur la céramique après rupture adhésive.

Seq	2theta	d	rel. I	Seq	2theta	d	rel. I
1	38.316	2.3477	100.00	1	38.316	2.3477	100.00
2	40.594	2.2211	18.08	2	40.594	2.2211	18.08
3	44.446	2.0371	15.37	3	44.446	2.0371	15.37
4	58.784	1.5698	3.64	5	64.717	1.4395	4.31
5	64.717	1.4395	4.31	4	58.784	1.5698	3.64

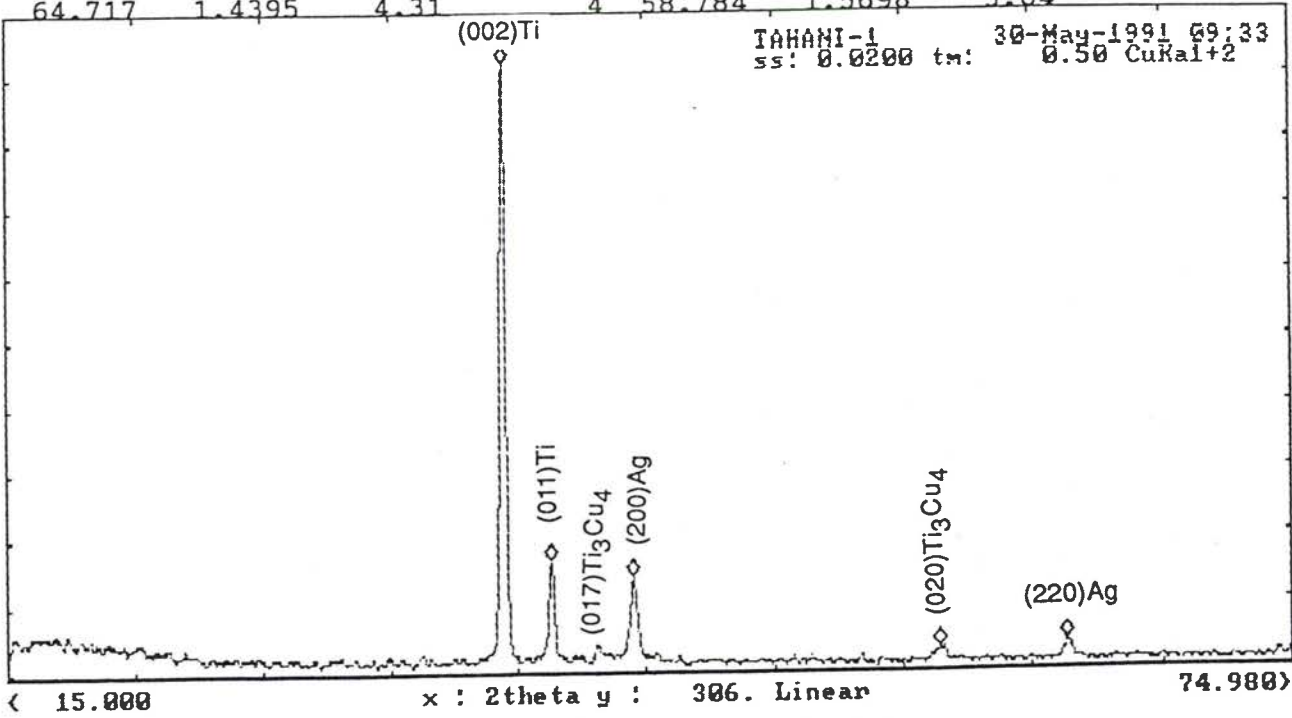


figure 62: Diagramme  $\theta$ - $2\theta$  réalisé près de l'interface côté métal de base du couple Ti pt /  $ZrO_2+Al_2O_3$ .



0.50 0.75 1.00 1.25

Reference axis: ED

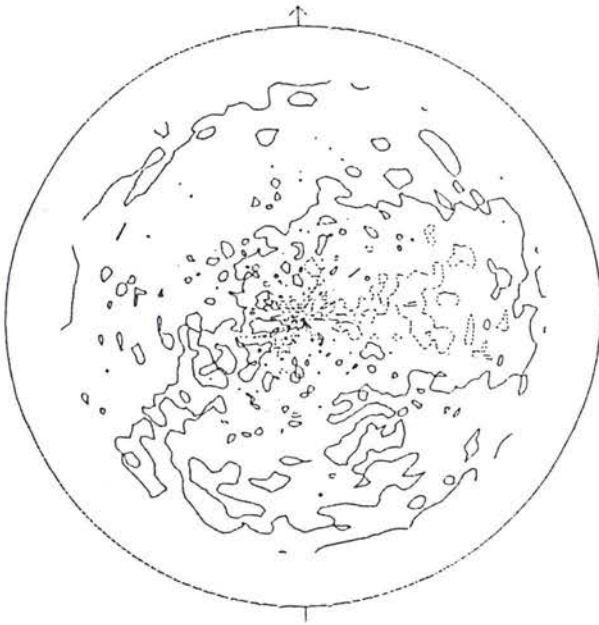


figure63: figure de pôle (011) du Titane à l'interface de liaison (côté métal de base).

0.50 1.00 1.50 2.00 2.50 3.00 3.50 4.00 4.50

Reference axis: ED

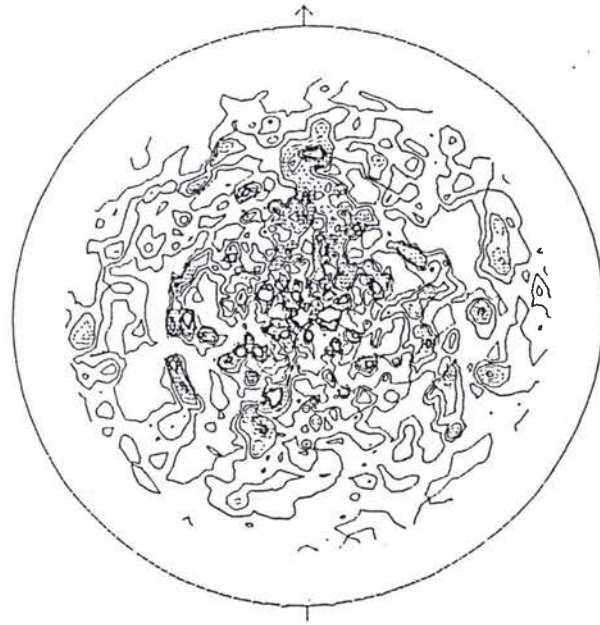


figure64: figure de pôle (002) du Titane à l'interface de liaison (côté métal de base).

0.50 1.50 2.50 3.50 4.50 9.00

Reference axis: ED

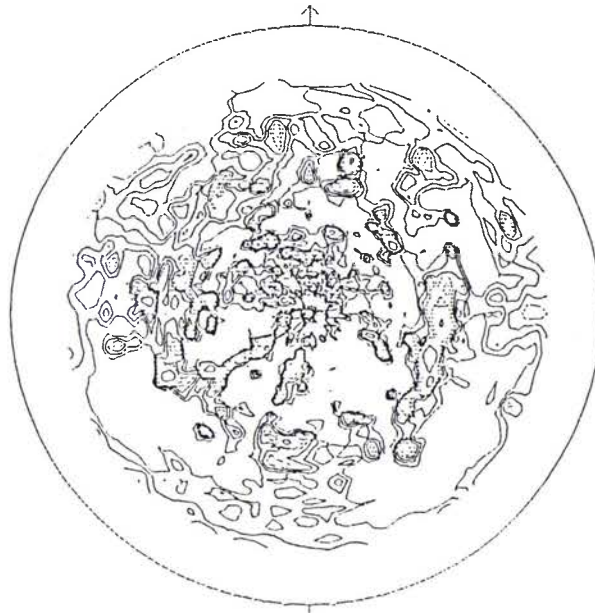
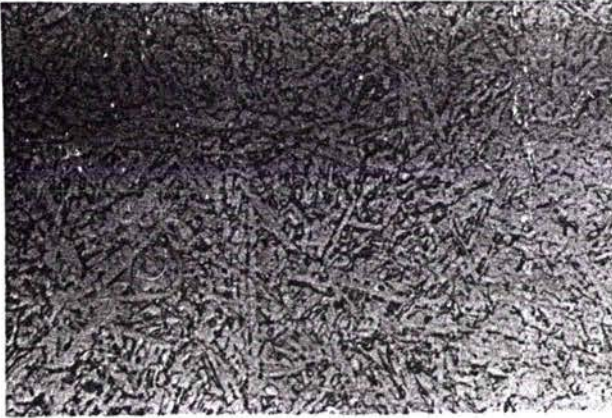
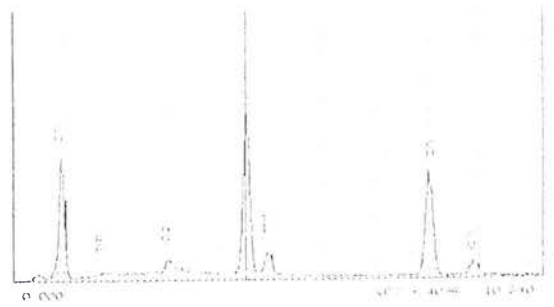


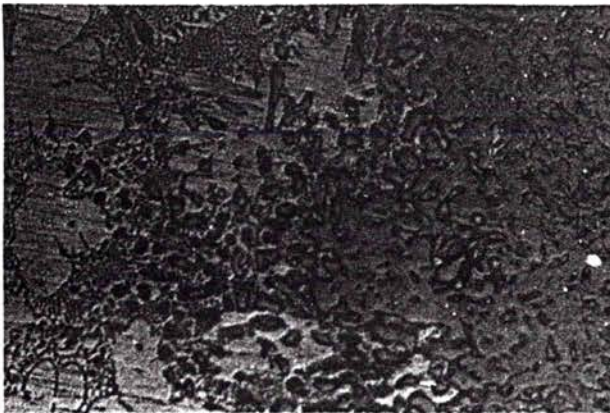
figure 65: figure de pôle (200) de l'Argent à l'interface de liaison (côté métal de base).



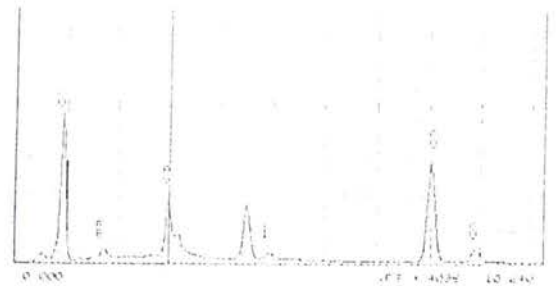
Zone centrale (Zone I )  
structure en aiguille du titane  $\alpha$ .



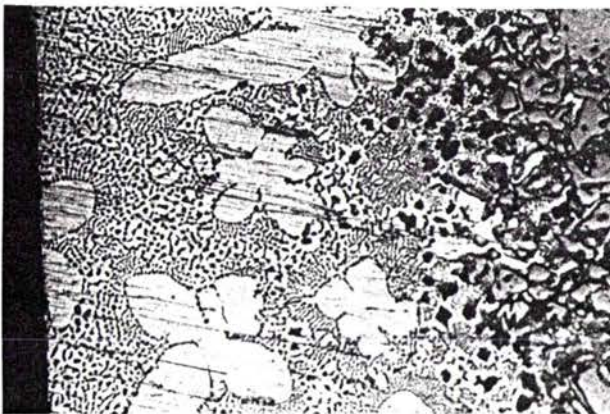
Spectre effectué sur la zone I



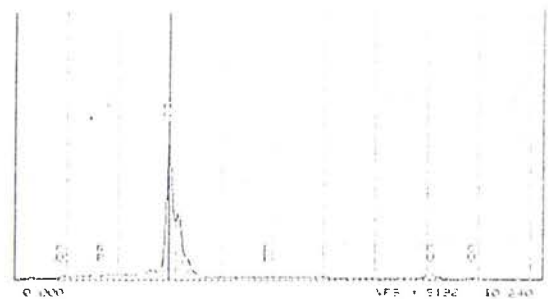
Zone II (située entre les zones I et III )  
vue générale de l'interface  
( présence de l'eutectique Ag-Cu ).



Spectre effectué sur la zone II



Zone située au bord de l'échantillon ( Zone III )  
( eutectique Ag-Cu ).



Spectre effectué sur la zone III

figure 66: Micrographies et spectres de microanalyse ponctuelle réalisés sur différents points de l'interface Ti pc / Al /  $ZrO_2 + Al_2O_3$  (côté titane).

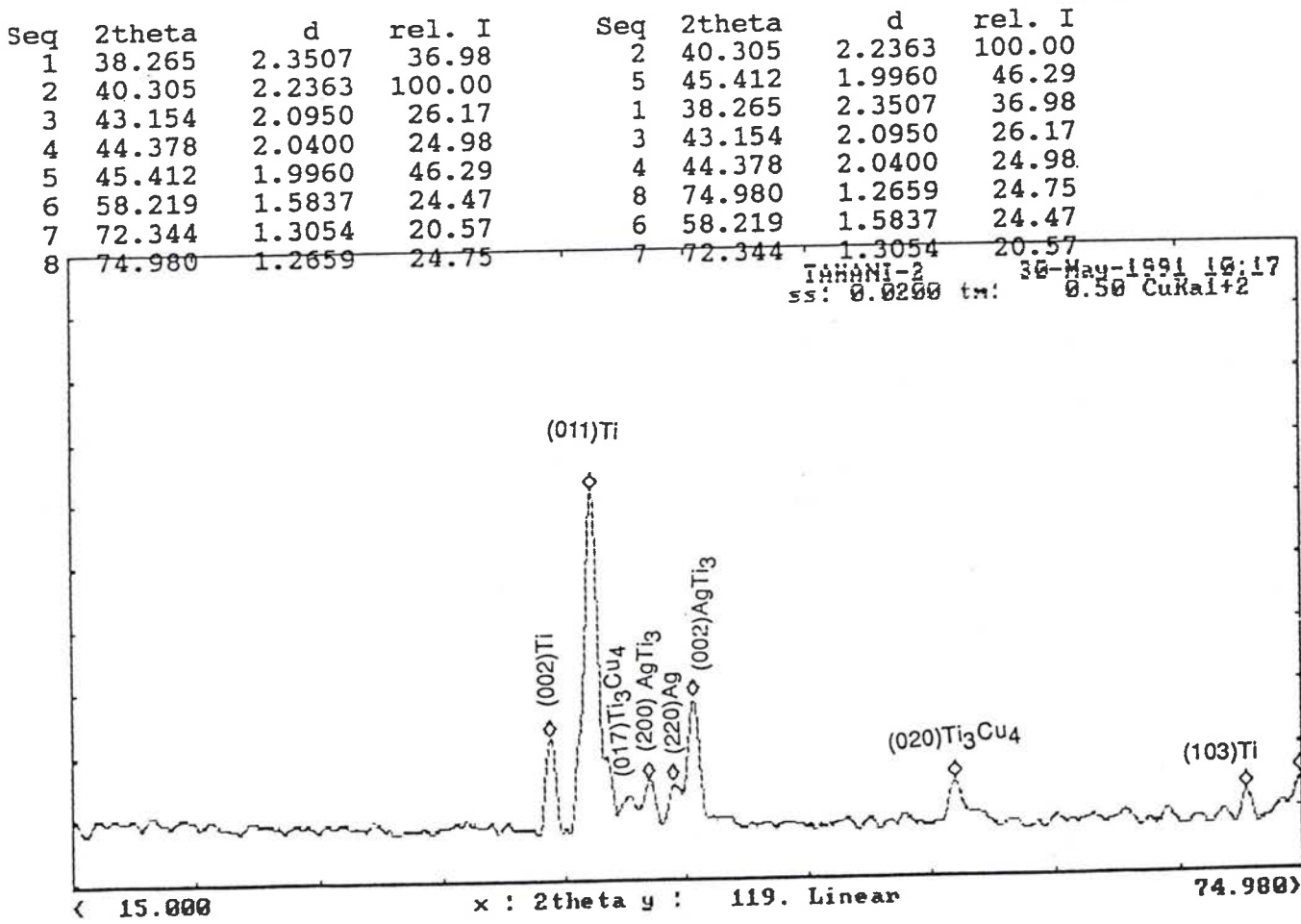
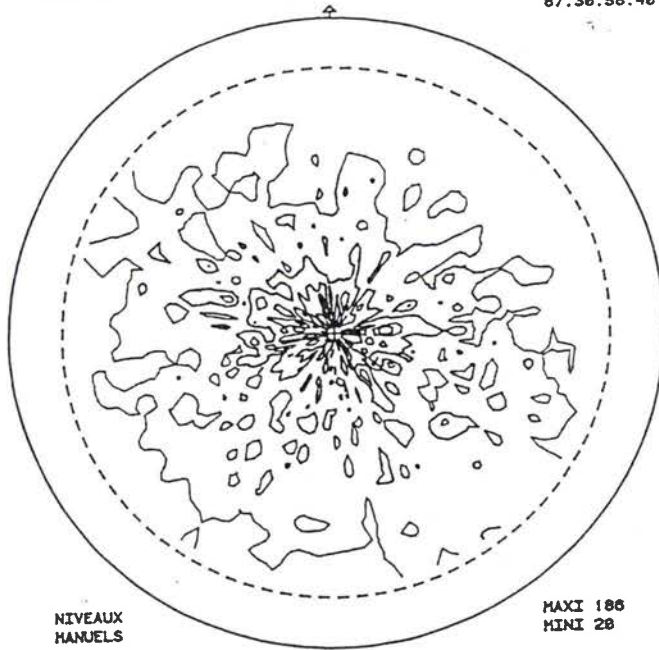


figure67: Diagramme  $\theta$ - $2\theta$  réalisé près de l'interface côté métal de base du couple Ti pc /  $ZrO_2+Al_2O_3$ .

TAHANI 2B (840xC) (10.1)  
MANIP : 2.3111

LM2P  
Ile du Souley  
57045 METZ  
87.30.58.40



NIVEAUX  
MANUELS

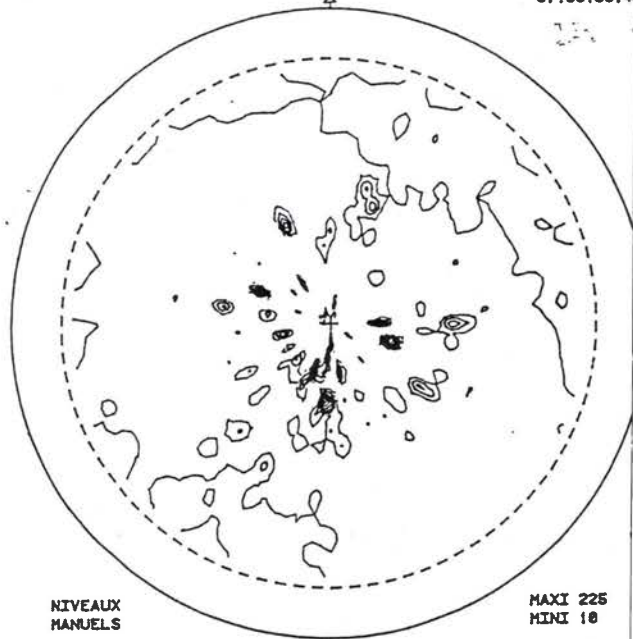
MAXI 186  
MINI 20

NIVEAU 1 = 50      NIVEAU 5 = 150      DECLIN. MAXI. = 80  
NIVEAU 2 = 75      PAS EN DECL. = 5  
NIVEAU 3 = 100      PAS EN AZIM. = 5  
NIVEAU 4 = 125

figure68: figure de pôle (011) du Titane à l'interface de liaison (côté métal de base).

TAHANI 2B (840xC) (00.2)  
MANIP : 1.311

LM2P  
Ile du Souley  
57045 METZ  
87.30.58.40



NIVEAUX  
MANUELS

MAXI 225  
MINI 10

NIVEAU 1 = 50      NIVEAU 5 = 150      DECLIN. MAXI. = 80  
NIVEAU 2 = 75      NIVEAU 6 = 175      PAS EN DECL. = 5  
NIVEAU 3 = 100      NIVEAU 7 = 200      PAS EN AZIM. = 5  
NIVEAU 4 = 125

figure69: figure de pôle (002) du Titane à l'interface de liaison (côté métal de base).



### **3 SOUDAGE-DIFFUSION :**

#### **3-1 Paramètres et caractéristiques des liaisons :**

##### **a- Couples réalisés :**

Les couples réalisés par soudage-diffusion sont présentés dans le tableau XVIII .

Le soudage-diffusion est hétérogène. Il est effectué entre deux natures différentes de métal de base (le titane ou le zirconium et l'acier). Le titane et le zirconium présentent respectivement une texture pôle central ou transversal et l'acier contient une faible concentration en carbone, il n'est pas texturé.

##### **b- Paramètres de soudage :**

Les paramètres de soudage-diffusion sont présentés sur le tableau XVIII.

Le choix des températures de liaison a été effectué de manière à éviter la transformation  $\alpha$ - $\beta$  du titane ou du zirconium lors du cycle thermique de soudage-diffusion et la transformation eutectoïde de l'acier pour les couples Fe / Zr et Fe / Ti .

Le transus  $\alpha$ - $\beta$  est défini par les diagrammes d'équilibre binaires de phases, à une température d'environ 882°C pour le titane et de 863°C pour le zirconium ( ceci dépend de la pureté des échantillons ).

La température de liaison est inférieure à 595°C pour les couples comportant du titane, et inférieure à 795°C pour les assemblages comportant le zirconium.

#### **3-2 Modes opératoires d'analyse après liaison :**

Les différents assemblages ont subi un fluage du fait de la géométrie du métal de base en acier et des paramètres de soudage-diffusion ( effort, température, palier thermique) appliqués. Ceci nous a contraint à choisir une autre méthode d'analyse pour ces trois couples.

##### **a- procédé d'analyse :**

Le fluage subi par les éprouvettes et la profondeur d'interaction liée à la diffusion ( de l'ordre de 2 microns ) , ne nous permet pas d'étudier l'orientation des grains par la méthode des figures de pôles à l'interface de liaison. Il serait intéressant de voir l'influence de ces paramètres ( fluage et diffusion ) sur la texture.

La méthode d'investigation qui pourra être utilisée dans ce cas, est l'étude des orientations individuelles des pseudo-diagrammes de KIKUCHI d'électrons rétrodiffusés grain par grain au niveau de l'interface. Ces diagrammes permettent de mettre en évidence les orientations individuelles de grains différents de part et d'autre de l'interface et de déterminer les relations cristallographiques qui peuvent

exister entre les différentes phases présentes en fonction des angles d'Euler mesurés dans un repère bien défini.

### **b- attaque métallographique :**

L'attaque métallographique nous permet d'obtenir la morphologie des différentes zones formées . Les conditions de préparation métallographique sont :

Après un polissage au diamant pour une granulométrie de l'ordre de  $1 \mu\text{m}$ , il est effectué pendant 10 minutes un polissage à L'OP-S ( solution contenant de la silice ), puis une légère attaque chimique avec une solution constituée par un mélange d'acides .

5 ml d'acide fluorhydrique  
45 ml d'acide nitrique  
50 ml d'eau

Cette attaque est effectuée au cours du polissage pendant 1 à 2 s .  
A la fin l'échantillon est repoli à l'OP-S pendant 1 à 2 mn, puis une attaque au nital à 4 % est réalisée afin de révéler le contour des grains de ferrite de l'acier.

Les microphotographies sont présentées par les figures allant de 70 à 74.

Les grains de solution solide  $\alpha$  du zirconium ou du titane sont observés, par Microscopie optique en lumière polarisée, contrairement à la morphologie de la structure micrographique de l'acier qui est observée par microscopie en lumière blanche.

### **c- Présentation des résultats :**

Les micrographies et les profils de concentration sont présentés pour les trois assemblages :

- Ti40 PT / Acier ( 550°C - 13 000 N - 5 h )  
- Zrcl PC / Acier ( 650°C - 12 000 N - 10 h )  
- Zrcl PC / Acier ( 650°C - 6 000 N - 8 h 48 mn )

L'étude de l'orientation des grains à l'interface est présentée seulement pour le couple:

- Zrcl PC / Acier ( 650°C - 6 000N - 8 h 48 mn )

### **3-3 RESULTATS ET INTERPRETATIONS :**

#### **a- Attaque métallographique :**

Les microphotographies présentent une déformation plastique importante de l'acier et du zirconium ( figure 73 ).

La dimension des grains de l'acier varie aux environs de quelques microns à quelques dizaines de microns .

On remarque sur la figure 72, une croissance discontinue des grains.

La liaison est réalisée dans un domaine de recristallisation primaire de la ferrite.

La croissance de certains grains ( surtout aux bords de l'acier ) peut être liée à un effet d'écroissage critique et aussi aux effets de rayon de courbure des grains. Cette croissance est liée à la durée du palier thermique à la température de soudage-diffusion.

Sur les micrographies on ne remarque pas la formation d'une troisième phase.

Le contact est homogène au niveau des interfaces Zrcl PC / Acier ( figure 74 ) , par contre on remarque sur le couple Ti40 PT / Acier un contact hétérogène ( figure 70 ).

Les grains d'acier au niveau de l'interface de liaison sont plus ou moins déformés en fonction de la direction d'écoulement du métal de base. Ceci selon les paramètres de soudage-diffusion .

L'attaque métallographique nous permet d'observer la morphologie de la structure micrographique des deux matériaux assemblés qu' en lumière polarisée.

On constate au niveau de l'interface qu'un grain de zirconium ou de titane peut être en relation avec deux grains d'acier ( ou deux parties des deux grains d'acier ) et inversement.

Au microscope électronique à balayage les grains de l'acier situés à l'interface sont uniquement observés.

#### **b- profil de concentration :**

D'après les profils de concentration ( figures 75, 76 et 77 ), la zone de diffusion est de l'ordre de 1,8  $\mu\text{m}$  pour l'assemblage Ti40 PT / Acier, d'environ 1,7  $\mu\text{m}$  pour l'assemblage Zrcl PC / Acier ( 650°C-12 000N-10h ) et 1,6  $\mu\text{m}$  pour Zrcl PC / Acier (650°C-6000N-8h48mn ). Cette faible diffusion est due à la faible solubilité du zirconium dans le fer ( 0,3 % à 850°C ) et du fer dans le zirconium.

### c- Texture :

Pour les assemblages réalisés par soudage diffusion , le fluage subit par les métaux peut modifier la texture du zirconium et créer une texture pour l'acier. Remarquons qu'il peut exister une texture due à la recristallisation de l'acier.

Les mesures sont effectuées sur une dizaine de grains en contact des deux côtés de l'interface ( voir figure 78). L'orientation des grains de zirconium est présentée par les tableaux XIX et XX.

Les orientations individuelles données par les pseudo-diagrammes de KIKUCHI d'électrons rétrodiffusés nous donne les angles d'Euler  $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2$  .La transformation des angles d'Euler en notation définissant le plan cristallographique et sa direction (h k l) [u v w ] est effectuée pour les grains de ferrite situés à l'interface voir tableau XXI. On remarque que ces grains n'ont pas une orientation préférentielle.

Du côté du zirconium on remarque que les mesures n° 1, 2 et 3 sont identiques, donc il s'agit d'un même grain. Il en est de même pour les mesures 5, 6 et les mesures 14, 15 et 16. La taille des grains du zirconium est donc bien supérieure à celle de l'acier.

On remarque qu'il n'existe pas d'orientation préférentielle ( texture ) dûe au fluage pour les deux métaux et la recristallisation pour l'acier.

Un recuit est ensuite effectué pendant 100 heures à la température de liaison. Il va nous permettre de voir si des phases nouvelles peuvent se former à l'interface de liaison.

Le profil de concentration effectué après ce traitement montre que la diffusion n'a pas évolué. Ceci est dû au fait qu'à cette température la solubilité des deux matériaux est très faible. Donc il faut choisir des matériaux qui nous permettent de mettre en évidence des phases nouvelles au niveau de l'interface.

### 3-4 CONCLUSION :

Les liaisons réalisées par soudage-diffusion (Fer/Zirconium et Fer/Titane ) présentent une faible miscibilité, c'est ce qui explique la liaison non réactive ( diffusion des éléments d'environ 2mm ).Ceci même après un traitement thermique de 100 h à 650°.

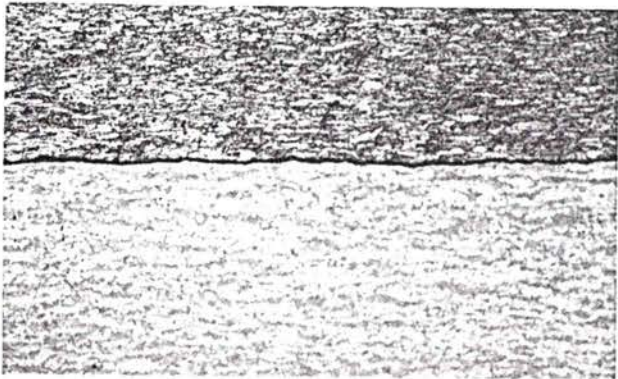
Les mécanismes qui peuvent expliquer les liaisons dans ce cas sont une adhésion mécanique liée au fluage et une diffusion superficielle.

La texture due au fluage et à la recristallisation n'a pas été mise en évidence des deux côtés de l'interface de liaison.



Couples réalisés par Soudage-diffusion	Température de Liaison	Contrainte de Liaison	Temps de Liaison
Ti40 / Acier	550°C	1300 daN	5 heures
Zr CL / Acier	650°C	1200 daN	10 heures
Zr CL / Acier	650°C	600 daN	8 heures 48 mn

Tableaux VIII: Les différents assemblages réalisés par Soudage-diffusion.



$\alpha - G = 200$

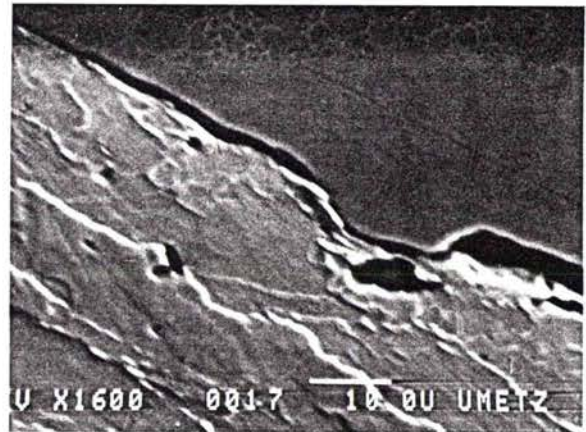


figure 70: Interface de l'assemblage Ti 40 / Acier.

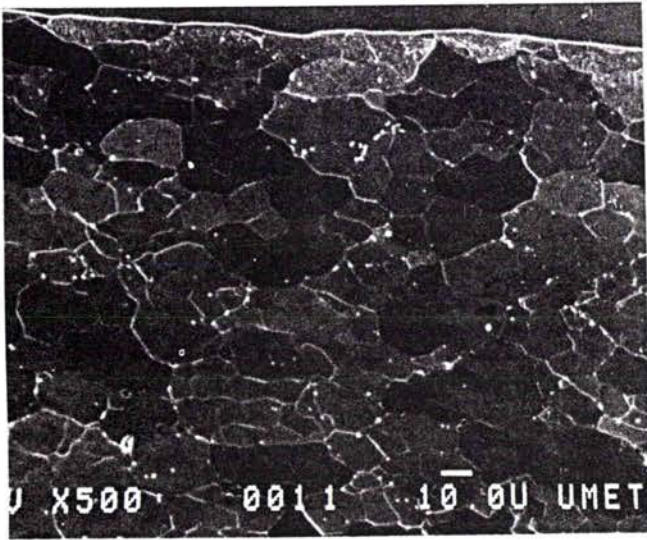


figure 71 : Structure de l'acier (M.E.B).  
Morphologie de la phase ferritique  
avec de la cémentite tertiaire.

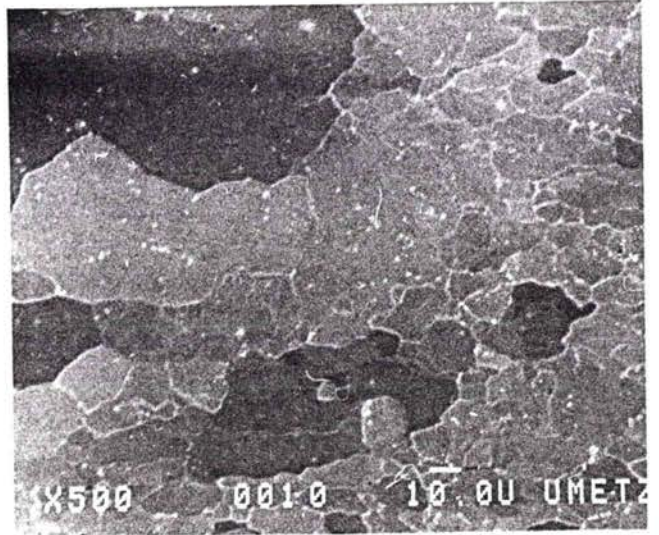


figure 72 : Grossissement du grain au bord de  
l'acier.

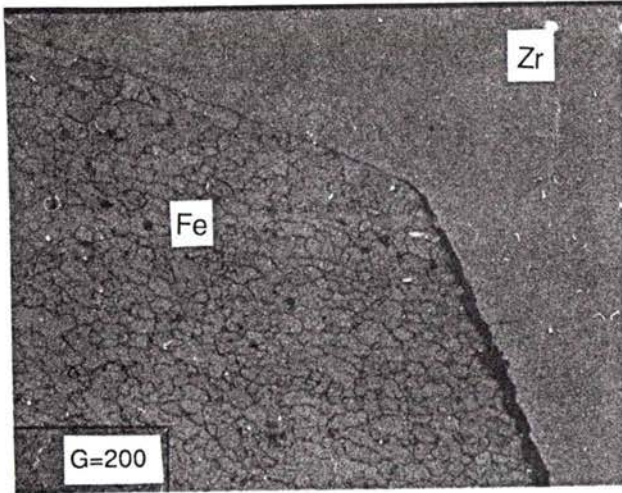


figure 73 : déformation plastique des deux  
métaux d'assemblage.

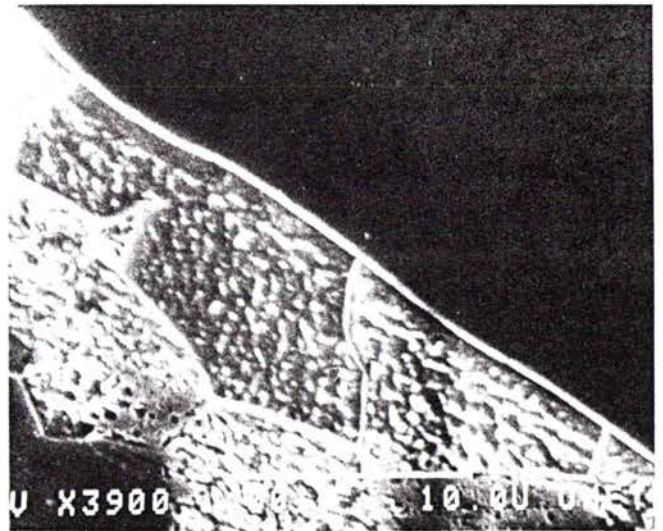


figure 74 : Interface de la liaison Zr cl / Acier  
(M.E.B).

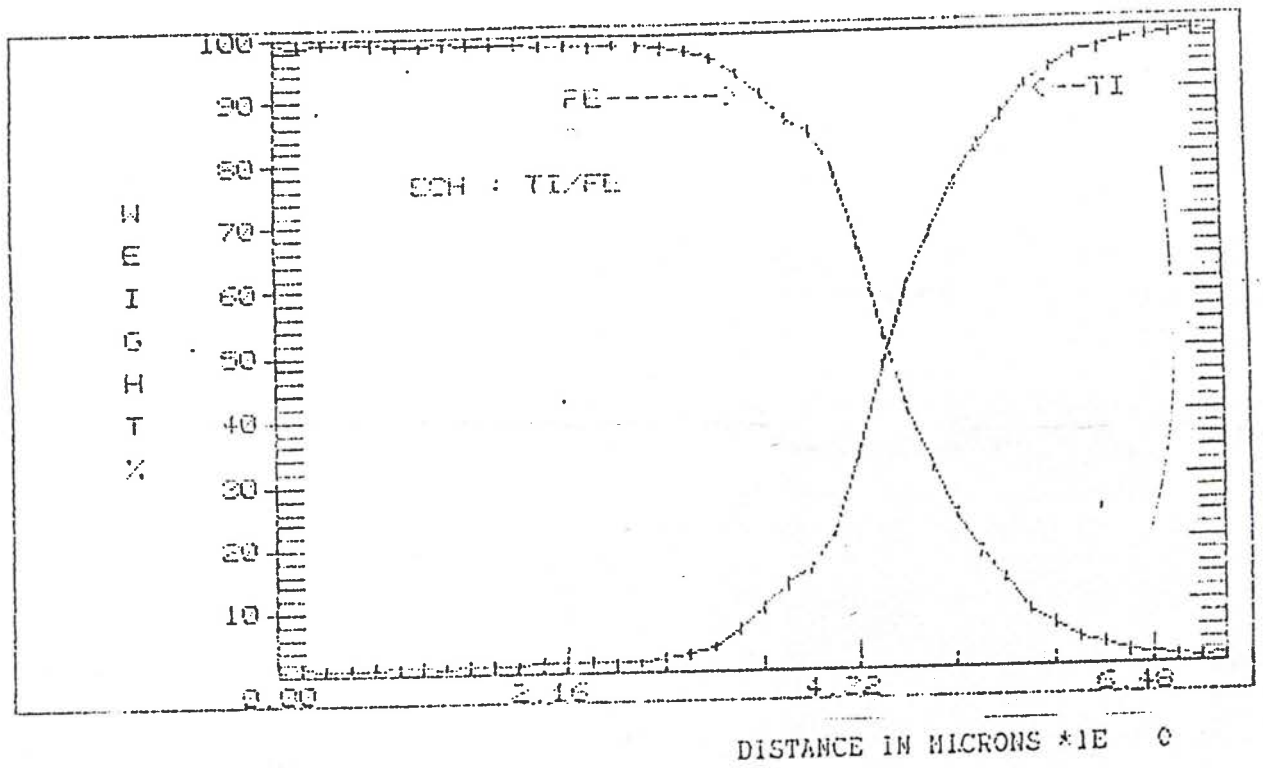


figure 75: Profil de concentration du couple Ti 40 / Acier.



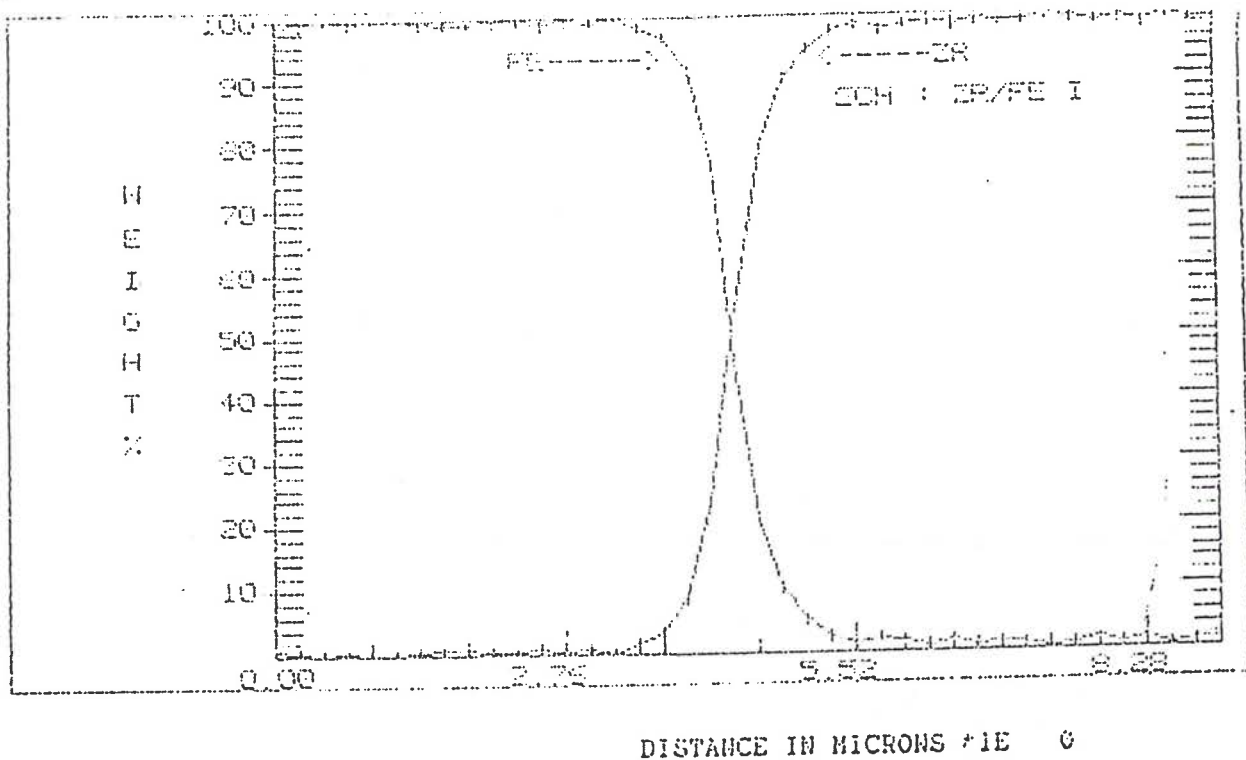


figure 76 : Profil de concentration du couple Zr CL / Acier  
(650°C - 1200 daN - 10 h).

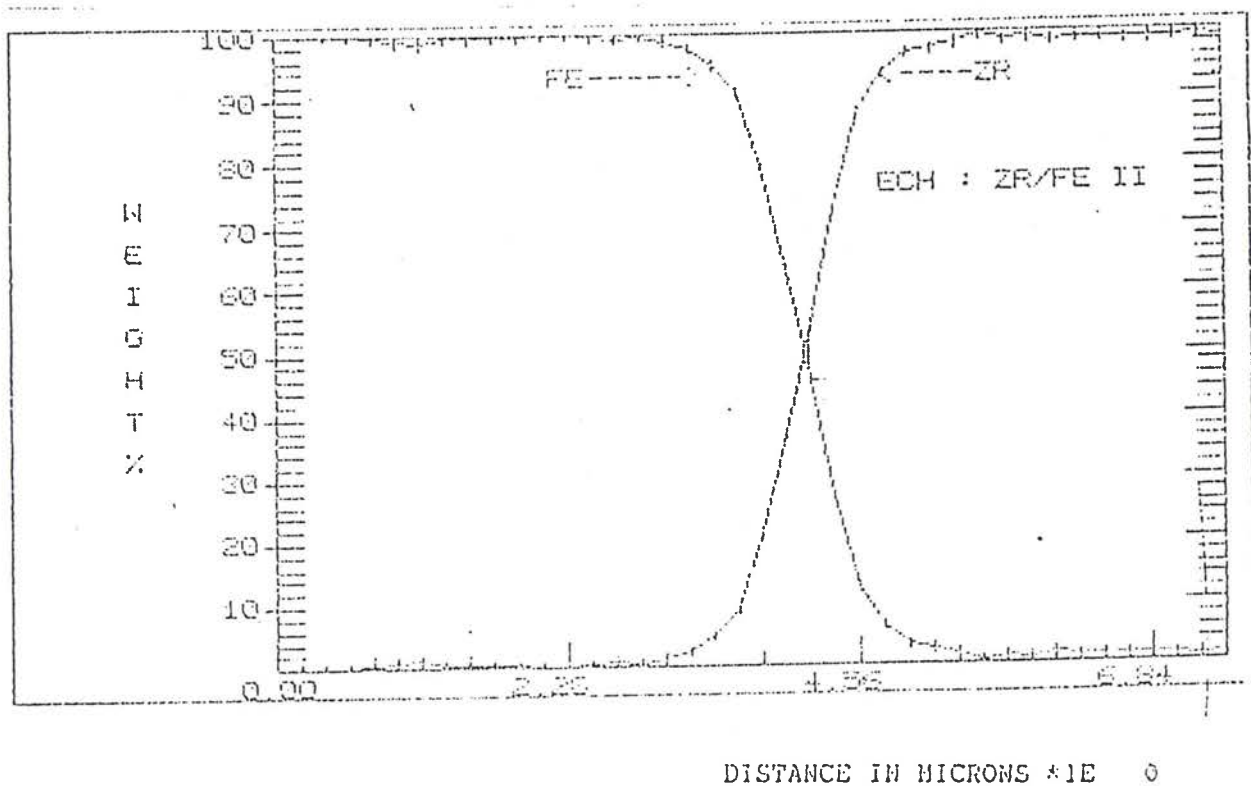


figure 77 : Profil de concentration du couple Zr CL / Acier  
(650°C - 600 daN - 8h 48 mn).

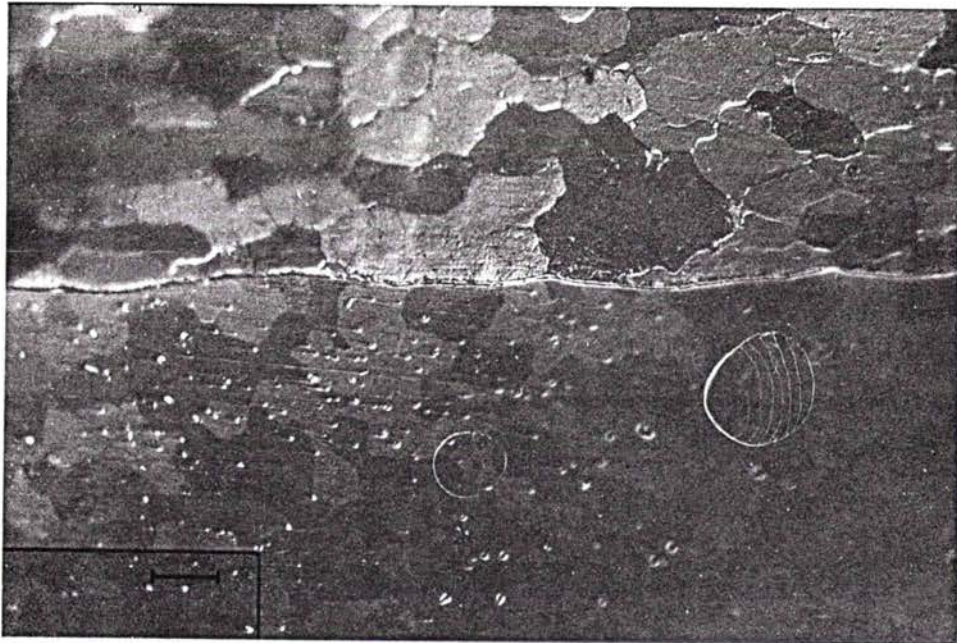


figure **78** : Structure des differents grains à l'interface Zr CL / Acier  
( 650°C - 600 daN - 8h 48 mn ).

N°	$\phi_1$	$\Phi$	$\phi_2$
1	45,5	102,1	207,5
2	46,1	102	207,3
3	45,6	101,7	326,8
4	71,4	81,4	291,4
5	296,2	106,9	293,1
6	290,9	107,4	233,2
7	54,7	86	176,4
8	127,5	72,9	89,2
9	208,1	166,4	170,3
10	249,2	111,5	31
11	53,2	79,9	309,1
12	65	82,9	173,5
13	132,5	81,3	247,1
14	188,4	66,8	186,4
15	7,5	113,8	293,1
16	188,8	66,8	246,8

Tableau IX: mesure des orientations individuelle du côté Zirconium

N° Grain	Plan	Direction
1	(1 -20 19 8)	[-4 1 3 4]
2	(1 -20 19 8)	[-4 1 3 4]
3	(-17 16 1 -6)	[1 3 -4 4]
4	(0 0 0 1)	[-11 -9 20 0]
5	(-10 4 6 -5)	[5 8 -13 -20]
6	(-4 -6 10 -5)	[-5 11 -6 -20]
7	(11 -20 9 2)	[-22 1 21 34]
8	(49 1 -50 28)	[-5 6 1 7]
9	(2 -3 1 -20)	[4 6 -10 1]
10	(1 49 -50 36)	[-3 -1 4 7]
11	(-3 2 1 1)	[3 5 -8 10]
12	(3 -5 2 1)	[-7 1 6 14]
13	(-12 1 11 3)	[3 -5 2 5]
14	(4 -10 6 7)	[10 -2 8 1]
15	(-10 4 6 7)	[-2 10 8 1]
16	(-6 -4 10 7)	[8 -10 2 1]

Tableau XX : Orientations des grains de Zirconium au niveau de l'interface.

N° Grain	$\phi_1$	$\phi$	$\phi_2$	( hkl )	[ u v w ]
1	38	56,4	13,6	(3 12 8)	[ 4 -3 3 ]
2	58,8	54,7	15,2	(1 4 3)	[ 5 -8 9 ]
3	65,1	84,5	25,3	(5 10 1)	[ 4 -3 10 ]
4	72,3	1,5	20,2	(0 1 12)	[ 4 -12 1 ]
5	55,1	59,1	0,4	(11 0 7)	[ -7 -9 11 ]
6	53	29,8	84,8	(6 1 10)	[ -7 -8 5 ]
7	59,3	85,2	61,2	(8 4 1)	[ 2 -7 12 ]
8	63,9	86,7	41,4	(6 7 1)	[ 3 -4 10 ]
9	65,9	2	48	(1 1 11)	[ -3 -8 1 ]
10	66,3	44,6	87,4	(8 1 8)	[ -10 -8 11 ]
11	54,9	81,9	37,7	(6 8 1)	[ 1 -1 2 ]
12	62,2	58,2	6	(1 9 6)	[ 6 -8 11 ]
13	59,4	58	8,1	(1 10 6)	[ 2 -2 3 ]
14	63,9	83,5	59,4	(6 4 1)	[ 1 -3 6 ]
15	85,1	14,3	83	(3 1 12)	[ -7 -3 2 ]
16	76,7	76,4	2,2	(0 4 1)	[ 1 -1 4 ]
17	21,4	72,1	26,8	(4 8 3)	[ 9 -6 4 ]

TableauXXI: L'orientation des grains d'acier au niveau de l'interface Zr / Acier.

## CONCLUSION GENERALE

Le but que nous nous étions fixé lorsque nous avons entrepris ce travail était de suivre l'évolution de la texture couche par couche, en allant du métal de base vers la céramique ( dans la cas des assemblages réalisés par thermocompression et par brasage) où vers l'autre métal de base (cas du soudage-diffusion ).

Aucune étude n'a été réalisée à ce jour dans le but d'analyser la texture des différentes phases à l'interface métal-céramique effectuée soit à l'état solide, soit par la réaction d'une phase liquide avec la céramique.

La céramique étant au départ non texturée, on remarque qu'après assemblage ( brasage ou thermocompression) les phases à l'interface côté céramique ne présentent pas de texture.

A l'interface côté métal de base et dans chaque cas d'assemblage on a été confronté à différents problèmes :

Dans le cas de la thermocompression, la zone de réaction au niveau de l'interface métal de base/métal d'apport est de l'ordre de 1 micron. La mesure de texture à ce niveau est sans intérêt puisque la profondeur de la zone de réaction est faible.

On notera que la texture finale de l'aluminium A9-5N et AS1 n'est pas bien contrôlée , elle dépend probablement de la nature du métal d'apport, de la contrainte appliquée, de la température de liaison et bien sûr de sa texture initiale.

En appliquant un traitement de 100 heures à la température de liaison pour les couples Zr cl/A9-5N/Zr cl et Zr cl/AS1/Zr cl, des phases nouvelles se forment à l'interface , leurs orientations n'ont pu être mises en évidence ni par EBSP ni par la mesure des figures de pôle, du fait de l'hétérogénéité de leur répartition.

Dans le cas du brasage , on constate que la texture initiale du titane n'existe plus, ceci est dû aux changements de structure du titane à l'interface lors de l'assemblage

(  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$  ) et également a la compétition entre les différents paramètres intervenant lors de l'assemblage ( formation de nouvelles phases, contraintes résiduelles , diffusion, ...).

Comme pour les éprouvettes réalisées par thermocompression, l'orientation des nouvelles phases formées lors du brasage a présenté différents problèmes :

Pour les mesures faites par le goniométrie, la statistique de mesure est mauvaise du fait des phases formées à l'interface.

Pour les mesures réalisées par l'EBSP, le problème rencontré est lié à la présence des contraintes résiduelles générées par la contraction différentielle entre le métal de base et la céramique, et la variation de volume liée à la formation des nouvelles phases . Une seule mesure a pu être réalisée sur la phase  $\text{Cu}_4\text{Ti}_3$ .



Les couples Fer / titane et Fer / Zirconium, réalisés par soudage-diffusion, présentent une liaison non réactive. Ceci s'explique par le fait qu'il n'existe pas une grande miscibilité entre les éléments en présence. Toutefois, il n'a pas été mis en évidence de texture liée aux mécanismes de fluage et à la recristallisation.

Les mécanismes qui pourrait expliquer éventuellement les liaisons observées sont une diffusion superficielle et une adhésion mécanique liée au fluage.

## ANNEXE I'

### METHODE D'ANALYSE DES TEXTURES

#### I- REPRESENTATION DES TEXTURES CRISTALLOGRAPHIQUES :

##### 1- Repérage d'un cristallite dans un échantillon :

Un métal, alliage métallique, une céramique est constituée d'un ensemble de grains . Chaque grain peut-être assimilé à un petit monocristal . Son orientation est caractérisée par la position des plans {hkl} de la maille cristalline élémentaire dans un repère macroscopique lié au matériau (voir figure 1) .

A chaque cristallite on peut associer un trièdre de référence oxyz ( ox // [ 100 ] ; oy // [ 010 ] et oz // [ 001 ] ) voir figure 2 .

On repère l'orientation d'un cristallite dans un système d'axes relié à l'échantillon au moyen des trois angles d'Euler ( $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ ) figure 4 . Ces angles définissent la rotation g qui amène le repère OXYZ associé à l'échantillon en coïncidence avec le repère oxyz associé au cristallite .

La rotation g est décrite par les trois angles  $\varphi_1, \phi, \varphi_2$  avec :

$$0 \leq \varphi_1 \leq 2\pi$$

$$0 \leq \phi \leq \pi$$

$$0 < \varphi_2 \leq 2\pi$$

##### 2- Repérage d'un cristallite d'un échantillon au moyen des indices de Miller :

On peut repérer un cristallite par les paramètres intrinsèques du plan cristallographique {hkl} du cristallite parallèle au plan de déformation et la direction cristallographique  $\langle uvw \rangle$  parallèle à la direction de déformation .

Connaissant  $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ , on peut calculer h,k,l,u,v et w au moyen des formules suivantes ( cas des métaux de structure cubique ) : / 47 /.

$$h = - \sin\phi \cos\varphi_2$$

$$k = \sin\phi \sin\varphi_2$$

$$l = \cos\phi$$

$$u = \cos\phi_1 \cos\phi \cos\phi_2 - \sin\phi_1 \sin\phi_2$$

$$v = -\cos\phi_1 \cos\phi \sin\phi_2 - \sin\phi_1 \cos\phi_2$$

$$w = \cos\phi_1 \sin\phi$$

Inversement, on peut calculer les angles d'Euler  $\phi_1, \phi, \phi_2$  connaissant  $h, k, l, u, v$  et  $w$ .

### 11- FONCTION DE DENSITE DES ORIENTATIONS ( F.D.O.) :

Dans la methode harmonique la texture cristallographique est représentée par une fonction  $f(\phi_1, \phi, \phi_2)$  appelée fonction de densité des orientations ( F.D.O ).

Les paramètres  $\phi_1, \phi, \phi_2$  sont les angles d'Euler qui définissent l'orientation d'un repère orthonormé  $K_B$  associé au réseau cristallin d'un grain par rapport au repère fixe  $K_A$  associé à l'échantillon . Figure 4

Cette fonction est notée  $f(g)$  ou  $g$ , et représente symboliquement le triplet  $(\phi_1, \phi, \phi_2)$

La détermination de la fonction de texture  $f(g)$  à partir des fonctions de densité de pôles  $P_{hi}(y)$  nécessite la résolution de l'équation intégrale fondamentale suivante :

$$P_{hi}(y) = \int h_i/y f(g) dg$$

### III- PROJECTION STEREOGRAPHIQUE :

Dans la pratique on représente la densité de pôles en projection stéréographique. Pour cela on définit une sphère qu'on appelle sphère de référence ou sphère de pôle.

La figure de pôle est la représentation stéréographique de la répartition des normales à un ensemble de plans réticulaires  $\{hkl\}$  dans tous les grains de l'échantillon. Ainsi au point P de la figure 5 on fait correspondre le point Pr qui est l'intersection de la droite joignant le point P au pôle S avec le plan équatorial  $\pi$  ( choisi comme plan de projection ). on relie les points de la projection de même densité en formant ainsi des lignes de niveau.

#### **IV- DETERMINATION DES FIGURES DE PÔLES :**

Dans notre travail, on a mesuré uniquement des figures de pôle directes par diffraction des rayons X grâce à un goniomètre de texture piloté par ordinateur, figure 7 .

Parmi les méthodes employées pour la détermination des figures de pôles on trouve la méthode de Schulz.

##### **Principe de la méthode de Schulz en réflexion :**

Le principe de la méthode de Schulz en réflexion est représenté par la figure 6 / 48 /.

L'échantillon polycristallin subit deux rotations par rapport au système fixe source-détecteur. Pour une orientation donnée du polycristal, les plans réticulaires dont les normales  $h$  sont parallèles au vecteur de la diffraction  $S$  dont l'orientation est  $\gamma$  dans le repère  $Ka$  lié à l'échantillon, participent à la diffraction figure 8 .

La surface de l'échantillon est choisie comme un plan équatorial de la sphère des pôles . L'angle  $\theta_h$  compris entre les faisceaux de rayons  $x$  incidents et les plans  $hkl$  considérés est fixé par la loi de Bragg :

$$n_\lambda = 2 d_h \sin \theta_h$$

ou  $d_h$  est la distance interréticulaire des plans  $\{hkl\}$  de normale  $h$  .

La composition des deux rotations (  $\psi$  : azimutale et  $\phi$  : déclinaison ) permet de donner à l'échantillon une succession d'orientations et de déterminer ainsi les pôles de la famille des plans réticulaires  $\{hkl\}$  contenus dans l'échantillon .

Pour une orientation fixée de l'échantillon le nombre de photons X recueillis par le compteur est lié à la densité de plans réticulaires en positions de diffraction / 49 /.

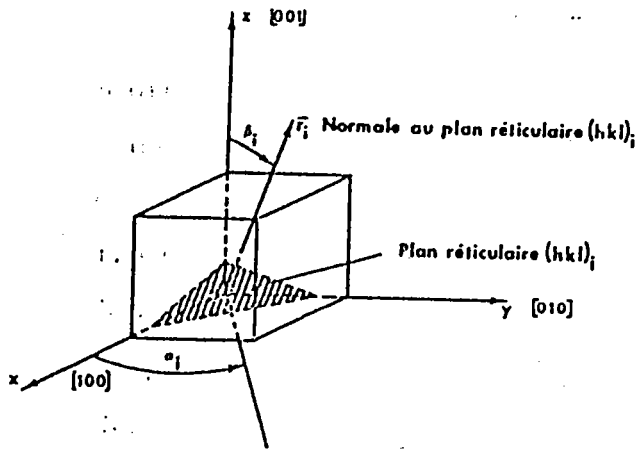


FIG. 1

Définition du trièdre Oxyz attaché à un cristal cubique.

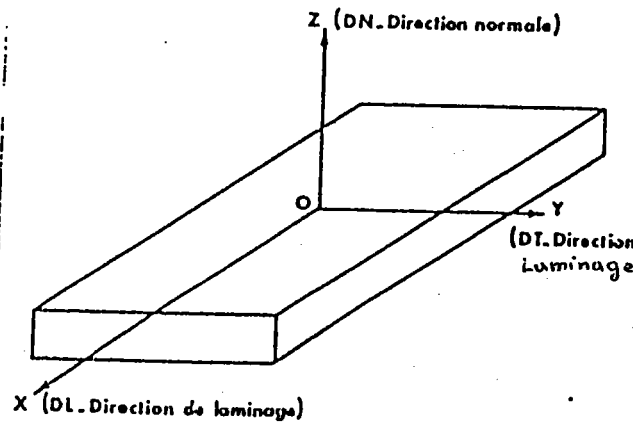


FIG. 2

Définition du trièdre OXYZ attaché à une tôle mince.

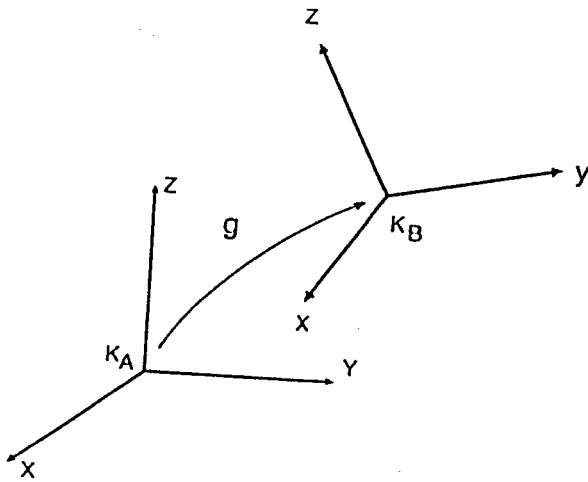


Fig. (1) : La rotation  $g$  qui amène  $K_A$  en coïncidence avec  $K_B$ .

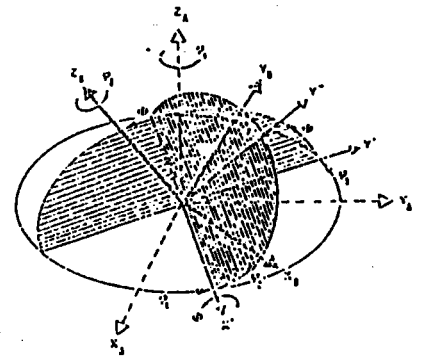


Fig. (2) : Définition des angles d'Euler ( $\phi$ ,  $\theta$ ,  $\psi$ ) qui amènent le repère d'échantillon  $K_A$  sur le repère cristallin  $K_B$ .

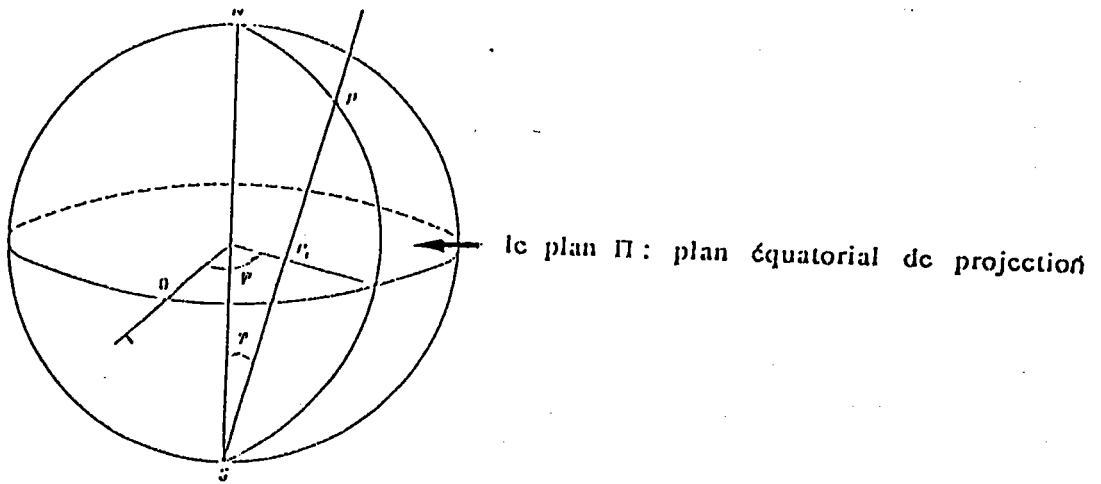


Fig. (5) : Pr projection stéréographique du point P.

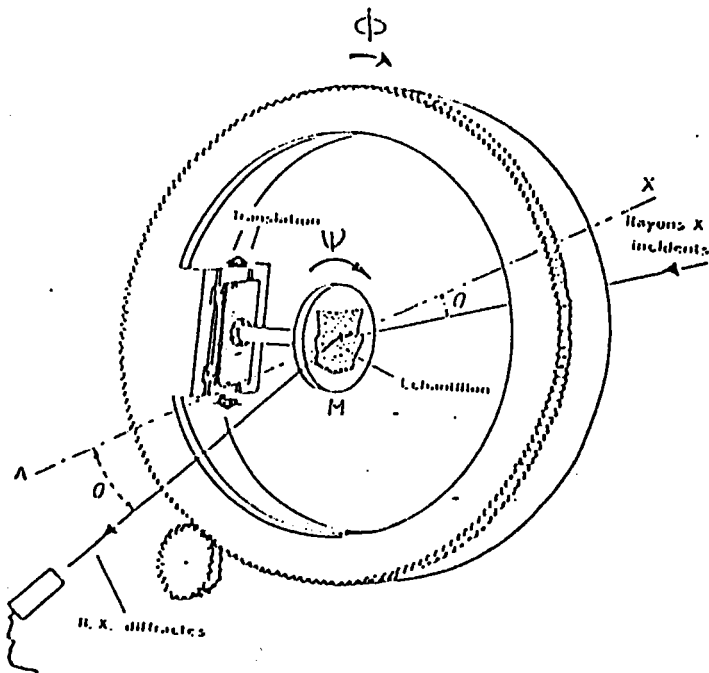
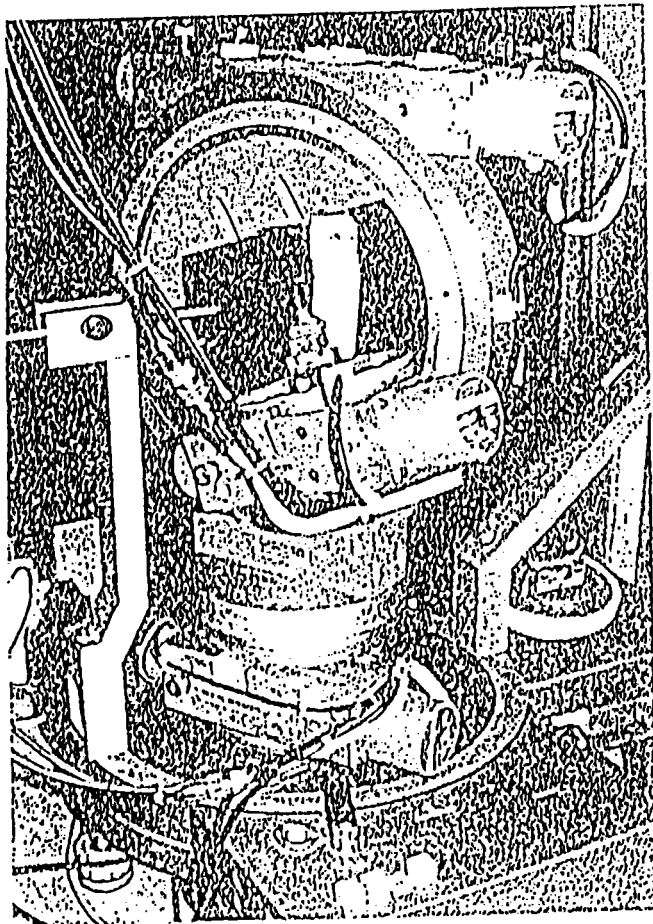


Fig. (6) : Principe du goniomètre de texture



a) Photographie du goniomètre monté  
avec tête goniométrique.

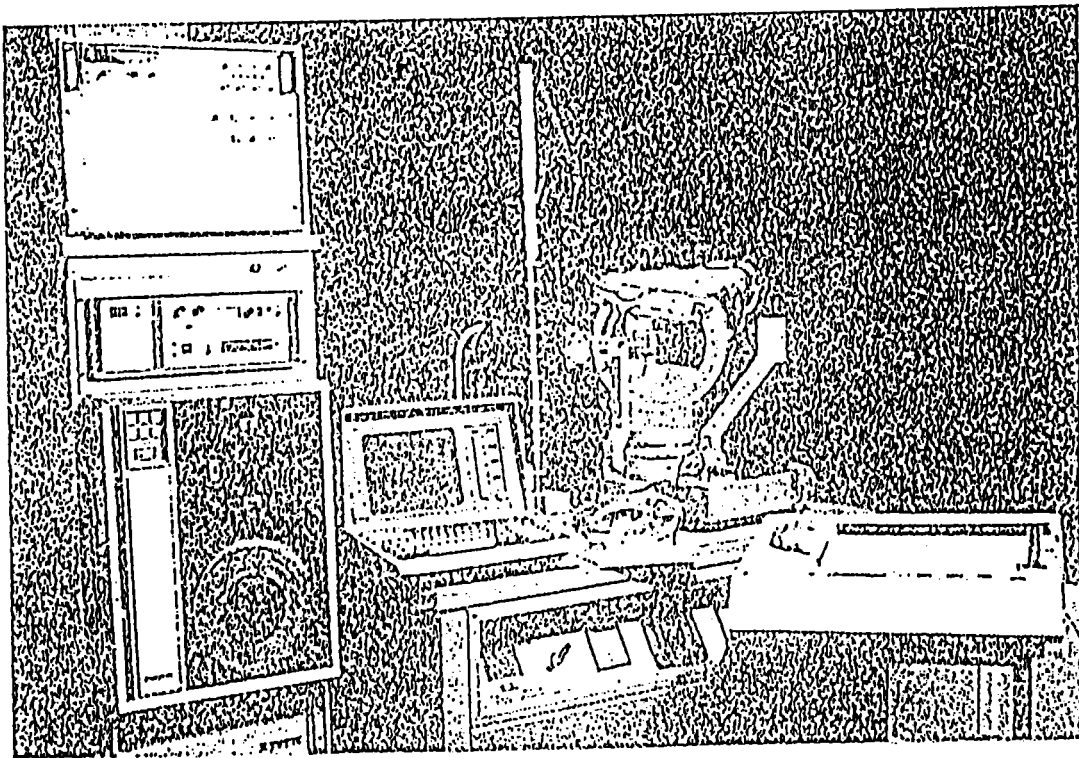


Fig. 7) : Vue générale de l'installation

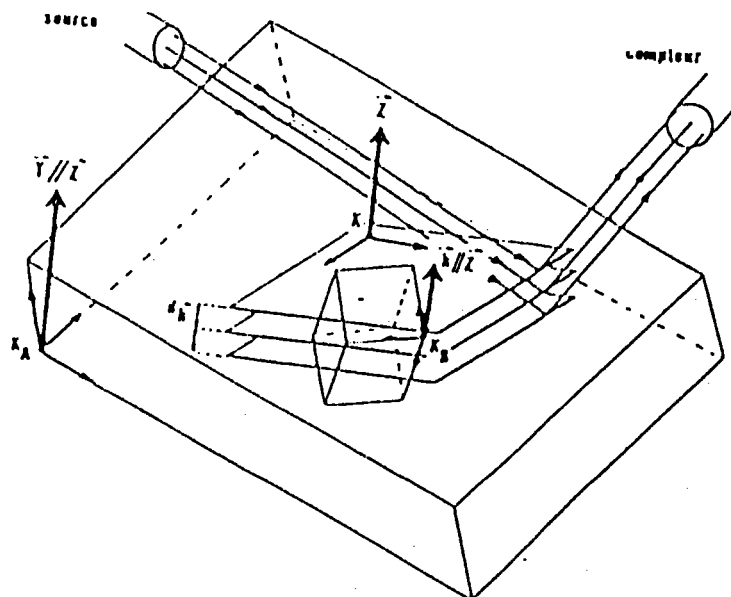


Fig. 8: Les plans cristallographiques  $d_h$  sélectionnés par l'angle de Bragg  $\theta_h$  diffractent lorsque leur normale  $\vec{Z}$  est parallèle au vecteur de diffraction



## ANNEXE II

### DIAGRAMME DE KIKUCHI

#### I- INTRODUCTION :

La découverte des lignes de Kikuchi par Kikuchi en 1928 s'est faite grâce à la méthode permettant la détection des électrons rétrodiffusés. Leur étude par Alan et Al (1954) et Emilie (1934) s'est faite avec des électrons de quelques 10 KV d'énergie ; elle a ensuite été utilisée en diffraction d'électrons lents (quelque 100 eV). Ensuite, Venables l'a refait dans un microscope électronique à balayage.

#### II- PRINCIPE :

##### 1/ Généralités :

Les diagrammes des lignes de Kikuchi permettent d'obtenir des renseignements cristallographiques sur l'échantillon sans nécessité de connaissance approfondies en cristallographie : La position des lignes se détermine par la loi de Bragg et par des considérations géométriques.

On obtient ces diagrammes avec une microsonde ou un microscope électronique à balayage, éventuellement à l'aide de quelques accessoires (camera de Dingler).

Les lignes de Kikuchi peuvent être obtenus, soit en détectant les électrons transmis par un objet mince (en microscope électronique en transmission classique), soit en détectant les électrons rétrodiffusés par un échantillon épais.

##### 2/ Principe :

Le diagramme de Kikuchi (figure 1) est obtenu en fixant la sonde sur le cristal analysé, et en plaçant un écran fluorescent en regard de l'échantillon incliné (l'écran fluorescent permet de photographier le diagramme).

Les directions de Bragg pour une famille de plans cristallins sont sur un cône très ouvert, leurs traces sur l'écran sont pratiquement des droites.

Pour les plans de faibles incidences, la largeur de résonance de la réflexion est du même ordre de grandeur que l'angle de Bragg ; on obtient une bande correspondant à un excès d'électrons centrés sur la trace du plan cristallographique (voir diagramme de Kikuchi), la bande est limitée

lateralement par des réflexions

Pour les réflexions d'incidences  $hkl$  plus élevées , la largeur de résonance est plus faible , on obtient sur l'écran une ligne . La ligne de réflexion  $hkl$  lui est parallèle .

### **3/ Pseudo- lignes de Kikuchi :**

Quand on observe en balayage à faible agrandissement un échantillon monocristallin , on obtient superposées à l'image, des bandes et des lignes dont l'aspect géométrique rappelle celui des diagrammes de Kikuchi . On les appelle les pseudolignes de Kikuchi .

La figure 2 montre le diagramme des pseudolignes de Kikuchi sur du silicium monocristallin .

L'origine du contraste s'explique par les variations de l'angle d'incidence du faisceau / 50 /.

Au cours du balayage , la déviation du faisceau le fait passer de part et d'autre de la position de Bragg pour plusieurs familles de plans cristallins .

Pour les directions proches des incidences de Bragg , il y'a absorption normale , ce qui produit une variation du coefficient de rétrodiffusion .

Préparation de l'échantillon :

- L'échantillon doit être clivé ou poli ( le contraste topographique masquerait les lignes / 51 / ) .
- La couche écornée par un polissage mécanique doit être enlevée par un procédé chimique ou électrolytique .
- Un échantillon isolant ne peut être métallisé , on peut cependant décharger la surface à l'aide d'un faisceau de faible énergie ( Morin et Al 1976 ) .

### **4- Applications :**

La géométrie des diagrammes de Kikuchi est liée :

- à l'orientation de l'échantillon
- à la longueur d'onde des particules diffractées
- et aux paramètres cristallins en relation avec la loi de Bragg.

La largeur des lignes et leur contraste sont liés à la qualité cristalline de l'échantillon.

**a- orientation d'un échantillon :**

En indexant les lignes de kikuchi, on peut déterminer l'orientation relative des grains différents.

L'indexation se fait soit en utilisant les relations géométriques définissant la position des lignes ( kikuchi ) soit en comparant les diagrammes avec des cartes obtenues par la juxtaposition de clichés pour différentes orientations d'un échantillon préalablement orienté ( kikuchi ), ou en utilisant des diagrammes tracés en projection stéréographique à l'ordinateur ( kikuchi ).

#### **b- contrôle de la qualité cristalline :**

La figure 10 montre un exemple du contrôle d'une couche de germanium épitaxiée sur du silicium établie par laugier et al ( 1971 ) dont un cache a permis de conserver une zone non recouverte qui apparaît plus sombre.

On remarque que les lignes de faible indices se prolongent parfaitement, ceci montre qu'il s'agit bien d'une épitaxie.

On peut déterminer également les contraintes intergranulaires sur un échantillon de silicium, au voisinage du point d'impact voir figure 11, Joy et Newbury ( 1971 ).

#### **c- détermination des paramètres cristallins :**

les positions des lignes sont sensibles à l'énergie des particules diffractées et aux paramètres cristallins de l'échantillon. On peut donc :

- connaissant la longueur d'onde, déterminer la valeur des paramètres cristallins . La précision est de l'ordre du pourcent Pitaval ( 1970 ).
- connaissant le paramètre, on peut déterminer avec les lignes de kikuchi la valeur de l'énergie du faisceau incident Schulson ( 1971 ).

#### **d- contraste cristallin :**

le signal des électrons rétrodiffusés , celui des électrons secondaires ou du courant échantillon varie avec l'orientation cristallographique. L'image d'un échantillon polycristallin présente un contraste entre les différents grains voir figure 12 où une rotation de trois degrés suffit pour inverser le contraste blanc-noir sur les images des grains A et B ( Blanchin ( 1970 ) ).

#### **e- images de défauts cristallins sur des échantillons massifs en microscopie électronique à balayage :**

La figure 13 schématise un cristal avec une dislocation proche de la surface , observer à fort grossissement l'angle d'incidence est alors constant au cours du balayage.

Si le faisceau est en position de bragg pour la famille de plans cristallins considérés, la désorientation de ces plans près du défaut fera passer le faisceau de part et d'autre de la position de bragg, donnant un contraste sur l'image.

## **CONCLUSION :**

Les pseudo-lignes de Kikuchi est une méthode qui nécessite un couplage entre une microsonde ou un microscope électronique à balayage et un appareillage simple / 52 /.

Elles mettent à la disposition de l'opérateur les informations cristallographiques de l'échantillon ( orientation, paramètres cristallins, mise en évidence de contraintes et de déformation du réseau ).

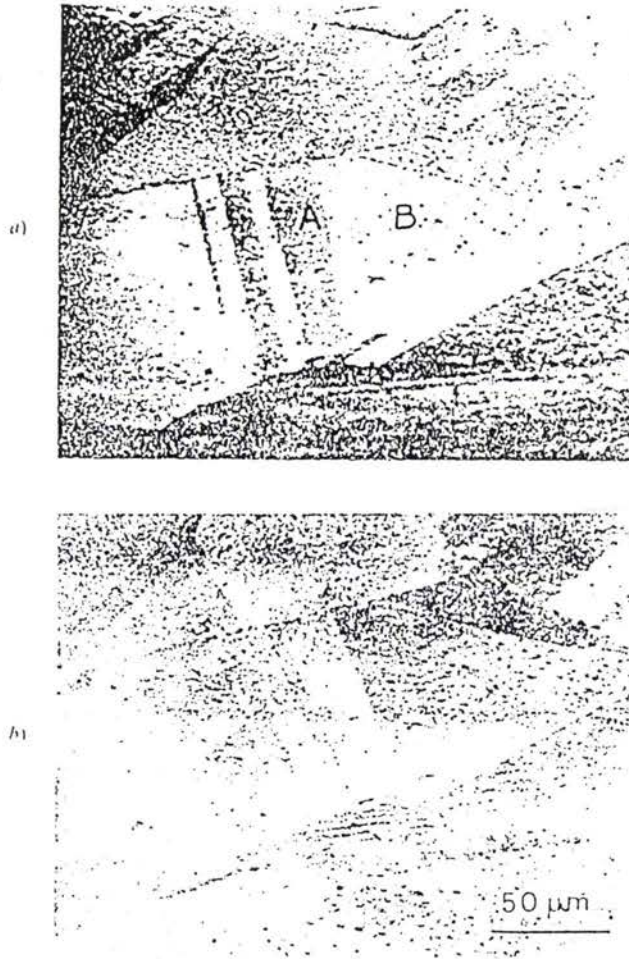


Fig. 12. — Le contraste du grain A s'inverse pour une rotation de 90° de l'échantillon.

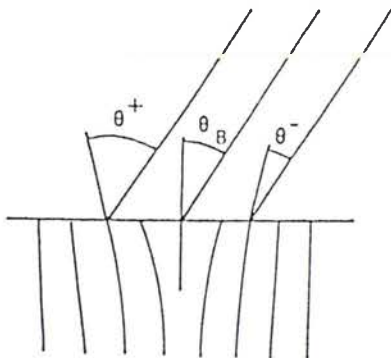
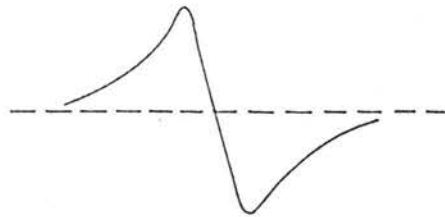
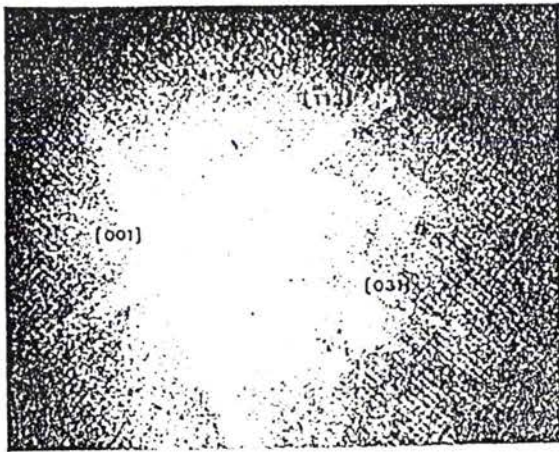


Fig. 13. — Principe d'observation de défauts sur des échantillons massifs.







— Diagramme de Kikuchi en électrons rétrodiffusés (Venables *et al.* (1973)).

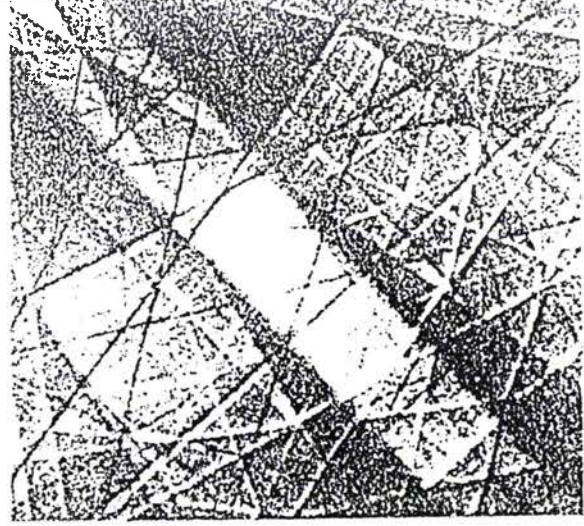


Fig. 7. — Exemple de diagramme de pseudo-lignes de Kikuchi sur du silicium.

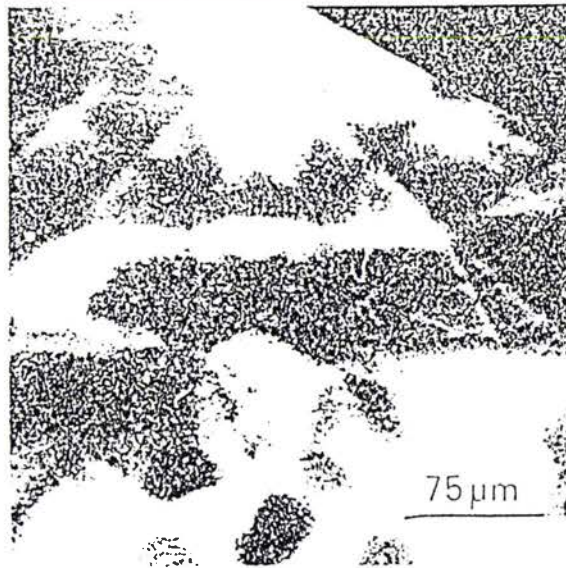


Fig. 10. — Diagramme obtenu sur une couche épitaxiée de silicium sur du germanium (voir texte).

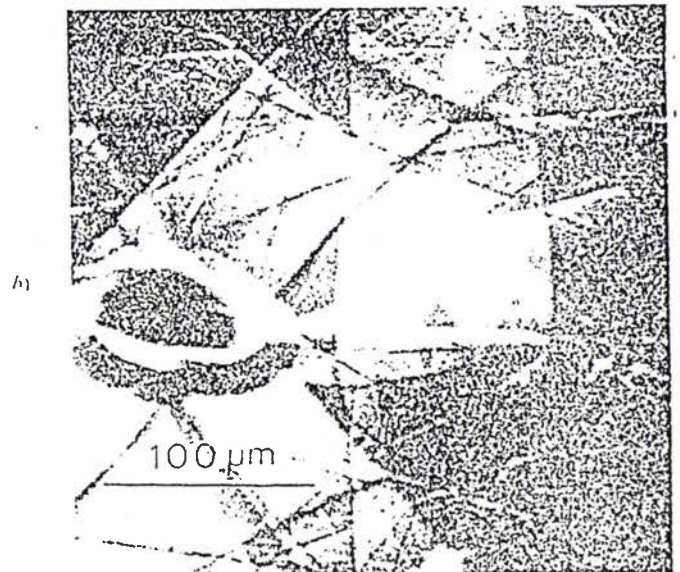
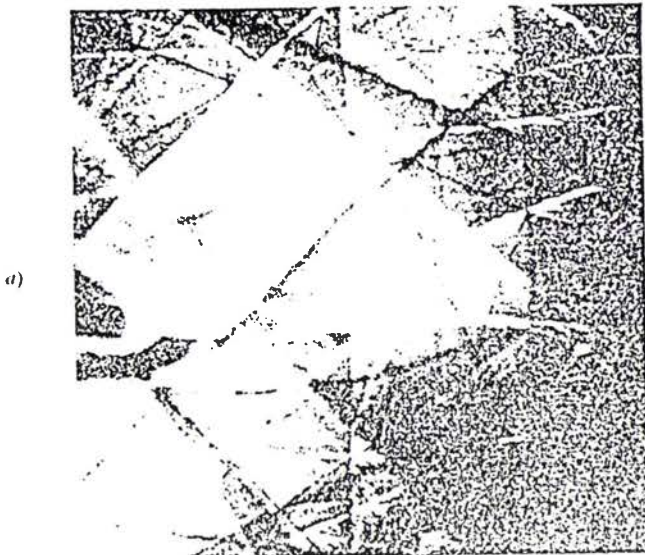


Fig. 11. — Déformation des lignes près d'une zone irradiée par des deutons.

## ANNEXE III

### CONTRAINTES DE DEFORMATION PLASTIQUE DU METAL D'APPORT

L'analyse des contraintes en cours de déformation plastique du joint, révèle trois zones distinctes : /25/

- zone de friction I
- zone d'adhérence II
- zone de pression hydrostatique III.

A l'équilibre, les contraintes longitudinales suivant l'axe x sont données par la relation :

$$(\sigma_x - |(\sigma_x + d\sigma_x)|) \cdot h + 2\tau_{xy} dx = 0 \quad (9)$$

L'équation permet une liaison entre la contrainte  $\sigma_x$  et  $\sigma_y$  :

$$\sigma_x - \sigma_y = 2/\sqrt{3} \sigma_0 = \sigma_x + P \quad (10)$$

Avec :

$\sigma_0$  : contrainte d'écoulement du matériau formant le joint ( limite élastique du matériau ).

P : charge de déformation appliquée.

A partir des équations (9) et (10) on trouve les contraintes des trois zones, voir figure 6 :

- zone de friction :

$$\sigma_{y1} = \frac{2\sigma_0}{\sqrt{3}} \exp\left| \frac{2\mu(b/2) - x}{h} \right| \quad (11)$$

$$\tau_{xy} = \mu\sigma_y \quad (12)$$

h : épaisseur du joint.

b : largeur du joint.

$\mu$  : coefficient de frottement du matériau utilisé pour former le joint en présence des substrats.

- zone d'adhésion ( zone saine ) :

$$\sigma_{y2} = \frac{\sigma_o}{\mu\sqrt{3}} \left( \frac{1+2\mu(x_b - x_d)}{h} \right) \quad (13)$$

$$\tau_{xy} = \tau_{\max} = \frac{\sigma_o}{\sqrt{3}} \quad (14)$$

- zone de pression hydrostatique ( zone neutre ) :

$$\sigma_{y3} = \sigma_{y2} + \frac{\sigma_o}{h\sqrt{3}} \left| \frac{x_c^2 - x^2}{x_c} \right| \quad (15)$$

$$\tau_{xy} = \tau_{\max} \left( \frac{x}{x_c} \right) \quad (16)$$

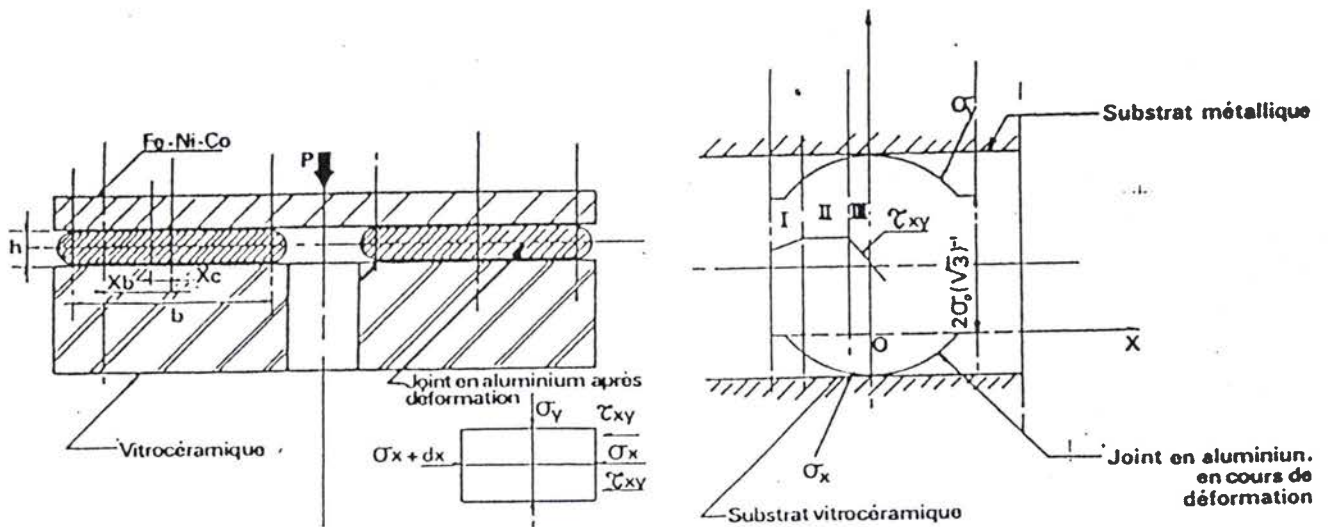
La charge de déformation plastique  $f_d$  :

$$f_d = \frac{4h\sigma_o}{\mu b\sqrt{3}} \left| \frac{1}{2\mu} + \frac{2\mu}{3} + \Sigma(1+\mu\Sigma+2\mu) \right| \quad (17)$$

Avec :

$$\Sigma = \left| \frac{b}{2h} - \left( \frac{\ln 2\mu}{2\mu} \right) - 1 \right|$$





zones formées au cours de la déformation du joint par thermocompression / 26 /



### Cu-Ti Copper-Titanium

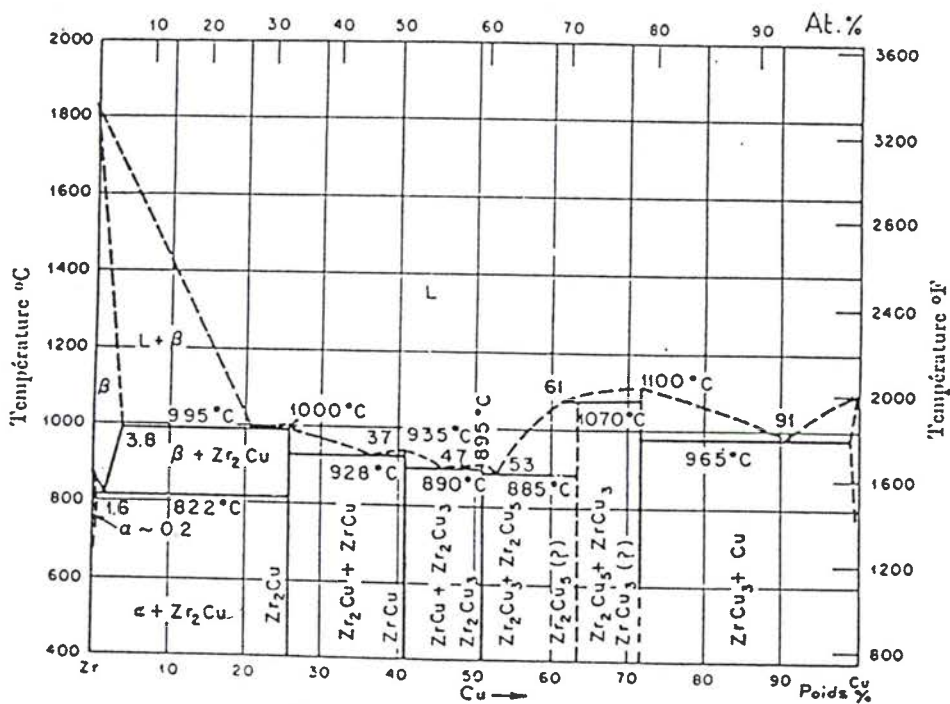
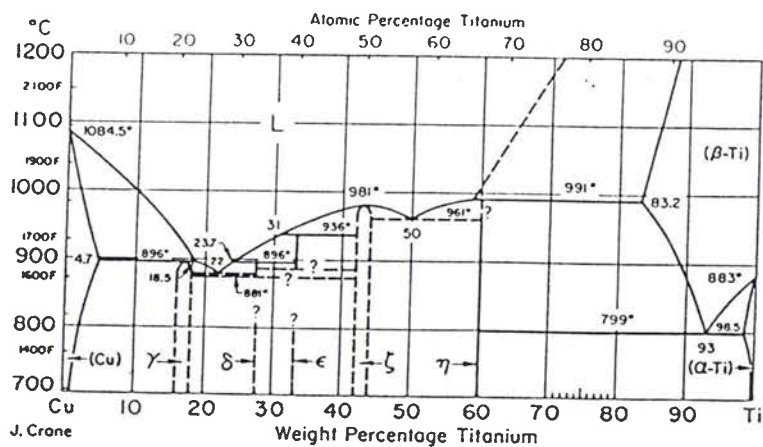
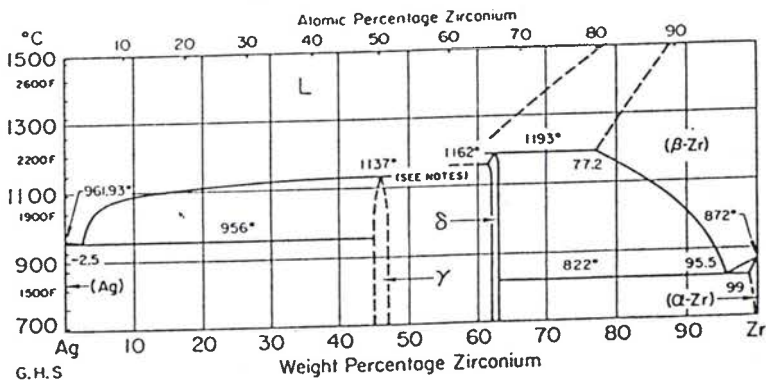
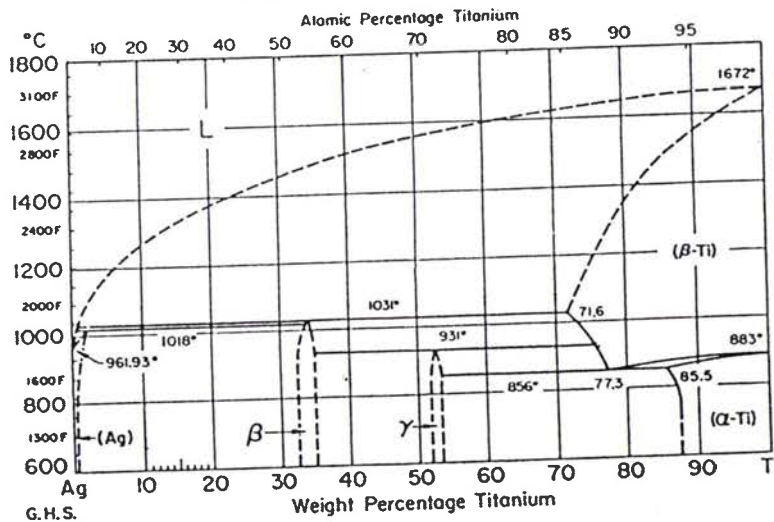


FIG. 63. — Diagramme d'état Zr-Cu.

### Ag-Zr Silver-Zirconium



### Ag-Ti Silver-Titanium



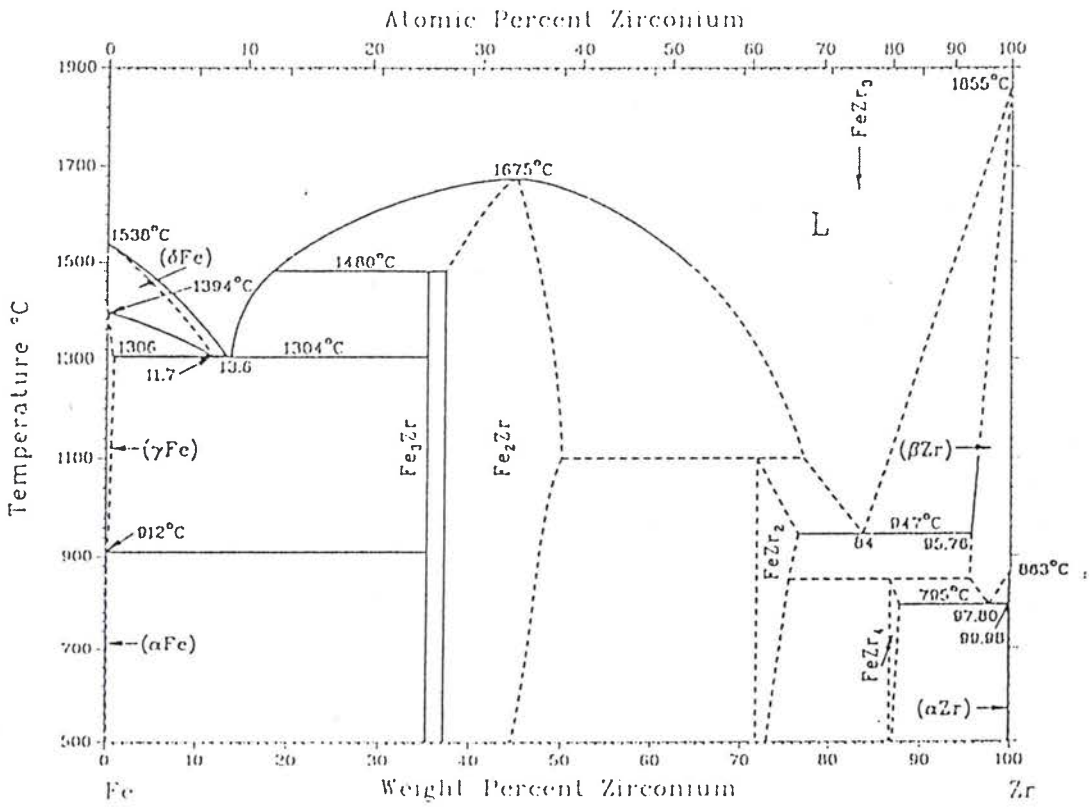


Diagramme d'équilibre du couple Fe / Zr.

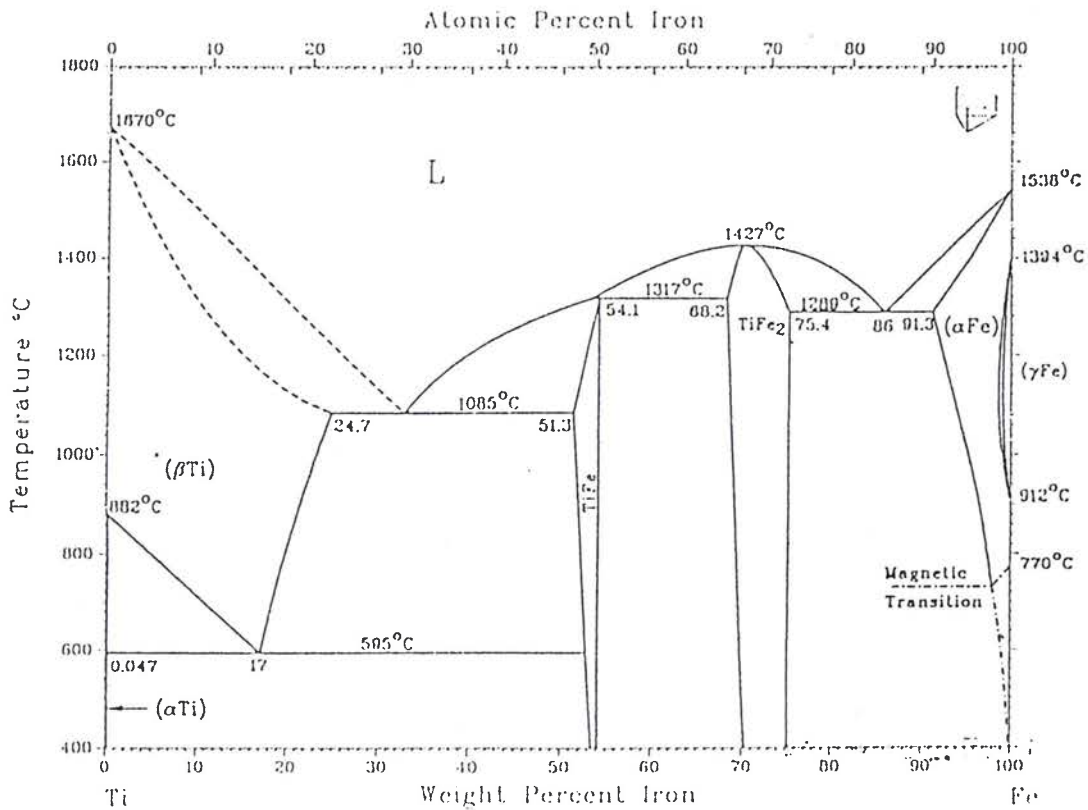


Diagramme d'équilibre du couple Ti / Fe.

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE**

- 1- J.T KRANSE .  
Hight temperature ultrasonic device.  
Brevet U.S.P 35.99.123. 10 Aout 1971.
- 2- Interfacial energetics in métal-métal, métal-céramic, métal-semi-conductor,  
and related solid-solid and liquid-solid systèms.  
Surfaces and interfaces in ceramic and céramic-métal  
Systèms-matèrials science research volume. 14, pp 107-119.
- 3- HONDROS E.D.  
Interfaces conf. Melbourne pp; 77-100; 1969.  
The australian institut of métals and butterworths sydney Ed. RC. Grifkins.
- 4- N. EUSTATHOPOULOS et A. PASSERONE.  
Phénomènes de mouillage dans les systèms à base de fer.  
Phénomènes de mouillage dans les systèms 1.43 - 1.45.
- 5- FRIEDEL J.  
Surfaces propres - surfaces pratiques.  
Annales de chimie 11, pp : 5 - 14, 1986.
- 6- PERAILLON B.  
Diffusion et ségrégation à la surface des métaux.  
Annales de chimie 11, pp : 15 - 27, 1986.
- 7- NICHOLAS M, FORGAN R.R.F, POOLE D.M.  
Journal material science 13, pp : 9 - 14, 1968.
- 8- LASCAR. G.  
contribution à l'étude des assemblages entre céramiques et alliages  
métalliques analyse des interactions mécaniques et physico-chimiques.  
thèse de docteur de l'université de METZ , pp 158 . 1989.
- 9- MIZUHARA H.  
Vacuum brazing céramics to métals.  
Advanced materials and process in metal progress. 2/87. pp : 53 - 55.
- 10- MIZUHARA H, MAILLY K.  
Ceramic-to-metal joining with active brasing filler metal welding journal.  
pp : 27 - 32. Octobre 1985.
- 11- NAKA M, HIRONO Y, OKAMOTO J.  
Joining of alumina / alumina using Al - Ca filler métal and its application to  
joining of alumina / aluminium.  
Transactions of JWRI. Volume 16 n° 2. pp : 81 - 87. 1987.
- 12- KAPPOR R.  
Brazing alloys for ceramic to metal joining.

Master of science in métallurgy. Massachusetts institute of technology.  
Juin 1987.

- 13- MIZUHARA H, MALLAY K.  
Ceramic-to-metal joining with active brazing filler metal welding journal :  
Octobre 1985. pp : 27 - 32.
- 14- SUGANUMA K, OKAMOTO T, KOISUMI M, FUJITA T, NIIHARA K.  
Joining of silicon nitride with metallic interlayers.  
High technology joining. 5<sup>ème</sup> conférence internationale.  
pp : 10/1 - 10/8. 3 - 5 Novembre 1987.
- 15- LUGSHEIDER E., BORETIOS M., GRELNER W., KRAPPITZ H.  
The joining of silicon carbide to metals by active brazing high technology  
joining.  
5<sup>ème</sup> conférence internationale. pp 24/1-25/7; 3-5 nov 1987.
- 16- NING X. S, SUGANUMA K, OKAMOTO T, KOREEDA A.  
Interfacial strength and chemistry of silicon nitride and aluminium.  
High technology joining. 5<sup>ème</sup> conférence internationale.  
pp : 25/1 - 25/4. 3 - 5 Novembre 1987.
- 17- MOORHEAD A. J, SANTELLA M. L.  
The effect interfacial reactions on the mechanical properties of oxide-ceramic  
brazements.  
High technology joining. 5<sup>ème</sup> conférence internationale.  
pp : 22/1 - 22/12. 3 - 5 Novembre 1987.
- 18- PAVLOVA M. A, METELKIN.  
Pressure brazing ceramics to metals with a copper brazing alloy welding  
production, pp : 14 - 18, Avril 1986.
- 19- NICHOLAS M. G.  
Reactive metal brazing.  
Conference joining ceramics glass and metal. Bad Nauheim. pp : 3-15. 1989.
- 20- BERNARD J, BOURNASSE A, ABLITZER D, GUILLOTIN F.  
Isolateurs électriques Niobium-Alumine de haute performances.  
Jonction Alumine-Niobium par diffusion.
- 21- LASCAR. G.  
Etudes des liaisons entre métaux et une vitrocéramique. Application à la  
réalisation d'un gyromètre laser.  
Mémoire d'ingénieur du conservatoire national des Arts et métiers de Paris  
-spécialité métallurgie- soutenu le 22 mai 1984.
- 22- ADDA Y, DUPOUY J.M, QUERE.  
Elément de métallurgie physique. Tome 6 " corrosion-oxydation ".

- 24- LASCAR. G.  
contribution à l'étude des assemblages entre céramiques et alliages métalliques analyse des interactions mécaniques et physico-chimiques.  
thèse de docteur de l'université de METZ , pp 200. 1989.
- 25- KLOMP J. T, VAN DE VENA J. C.  
Parameters in solid state bonding of metal to oxide materials and the adherence of bonds.  
Journal of materials science n° 15 - 1980. pp : 2483 - 2488.
- 26- LASCAR. G.  
contribution à l'étude des assemblages entre céramiques et alliages métalliques analyse des interactions mécaniques et physico-chimiques.  
thèse de docteur de l'université de METZ , pp 202. 1989.
- 27- DE BRUIN H.J, MOODIE A.F, WARBLE C.E.  
ceramic-metal reaction welding.
- 28- DE BRUIN H. J.  
Metal-ceramic interactions  
silicates industriels 11- pp : 439 - 444 / 1977.
- 29- SAKATAK, HONMAK, OGAWAK, WATANABEO, NIIK.  
Interface chemistry and bonding strength for diffusion-bonded Fe/Fe - FeO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> systems.  
Journal of materials science 21-pp : 4463 - 4467 / 1986.
- 30- DE BRUIN H. J, BADWAL S. P. S, SLATTERN P. W.  
The nature of the metal / ceramic interface 4th cimtec, st vincent Italy  
28- 31 Mai 1979.
- 31- LASCAR. G  
contribution à l'étude des assemblages entre céramiques et alliages métalliques analyse des interactions mécaniques et physico-chimiques.  
thèse de docteur de l'université de METZ; pp 209 , 1989.
- 32- ALLEN R. V, BORBIDGE W. E.  
Solide-state bonding of noble metals to alumina the effect of ambient atmosphere.  
Science of ceramic 12- ceramugica S.R.L Franza pp : 383 - 389.
- 33- WICKER A., GRIVON F., LAZENNEC Y.  
Potentialités industrielles de la thermocompression.  
Colloque "liaisons céramique-métal" 14 - 15 Mai 1987- Tarbes.
- 34- Y. ADDA et J. PHILIBERT.  
La diffusion dans les solides tome I.



- 35- Y. DURIEUX et M. HOURCADRE.  
Le soudage-diffusion à l'état solide. Colloque national I.D.MAT.  
Matériaux science et industrie. France pp : 142 - 150. 9-10-11 janvier 1989.
- 36- C. COLLIN, J.L. KOUTNY et Y. BIENVENU.  
Diffusion de la liaison Alumine- Inconel 600.
- 37- M. NAKAMURA, K. KUBO, S. KANZAKI et H. TABATA.  
Joining of silicon nitride ceramics by hot pressing.  
Journal sciences des matériaux vol 22, n° 4, pp : 1259 - 1264, 1987.
- 38- DE Bruin H.J. Vander Poorten H.  
Contacts et soudures métaux-céramiques  
Silicates industriels. Vol: 10 pp 201-215 (1981).
- 39- M, BACKHAUS-RICOULT  
Interface entre SiC et métaux  
Colloque de physique C1, supplément au n° 1, tome 51, janvier 1990.
- 40- Yamada T. Okamoto H. Kitamura A. Sekiguchi H.  
Diffusion bonding SiC or Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> to Nimonic 80A  
Nippon Kokan technical report vol: 48. pp67-74 (1987).
- 41- LASCAR G.  
contribution à l'étude des assemblages entre céramiques et alliages  
métalliques analyse des interactions mécaniques et physico-chimiques.  
thèse de docteur de l'université de METZ soutenue le 21/ 12 / 1989.
- 42- Divers sources,  
Nouveau traité de chimie minérale, Technique de l'ingénieur.
- 43- Suganuma K. Okamoto T. Koizumi M. Shimada M.  
Method for preventing thermal expansion mismatch effect in ceramic metal  
joining  
journal of materials science letters vol: 4 pp 648-650 ( 1985 ).
- 44- LASCAR G.  
contribution à l'étude des assemblages entre céramiques et alliages  
métalliques analyse des interactions mécaniques et physico-chimiques.  
thèse de docteur de l'université de METZ soutenue le 21/ 12 / 1989.
- 45- LASCAR. G  
Etudes des liaisons entre métaux et une vitrocéramique. Application à la  
réalisation d'un gyromètre laser.  
Mémoire d'ingénieur du conservatoire national des Arts et métiers de Paris  
-spécialité métallurgie- soutenu le 22 mai 1984.
- 46- LASCAR. G  
contribution à l'étude des assemblages entre céramiques et alliages

métalliques analyse des interactions mécaniques et physico-chimiques.  
thèse de docteur de l'université de METZ; pp232. 1989

- 47- P. PARNIERE  
Méthodes d'étude des textures des tôles minces.  
I- Figures de pôles. Octobre 1973.
  
- 48- D. RUER  
Méthodes de réalisation et d'interprétation des figures de pôles directe.  
Thèse de 3<sup>ème</sup> Cycle. Université de Metz (1971).
  
- 49- J.C. COUTERNE et G. CIZERON  
J .appl. Cryst. 4 (1971).
  
- 50- M. PITAVAL  
Microanalyse et microscopie électronique à balayage. pp 406.
  
- 51- M. PITAVAL  
Microanalyse et microscopie électronique à balayage. pp 401.
  
- 52- M. PITAVAL  
Microanalyse et microscopie électronique à balayage. pp 409.