

Université Mohamed Khider – Biskra  
Faculté des Sciences et de la technologie  
Département : Génie Mécanique  
Ref : .....



جامعة محمد خيضر بسكرة  
كلية العلوم و التكنولوجيا  
قسم: الهندسة الميكانيكية  
المرجع:.....

Thèse présentée en vue de l'obtention  
Du diplôme de  
**Doctorat en : Métallurgie**

**Spécialité (Option) : Métallurgie**

# **Soudage de deux métaux dissimilaires (Al/Cu)**

Présentée par :  
**BEDJAOUI Walid**

Soutenue publiquement le .....

**Devant le jury composé de :**

Pr. OMARI Mahmoud	Professeur	Président	Université de Mohamed Khider - Biskra
Pr. BOUMERZOUG Zakaria	Professeur	Directeur de thèse	Université de Mohamed Khider - Biskra
Pr. LOUCIF Kamel	Professeur	Examineur	Université de Ferhat Abbas-Sétif 1
Pr. OUAKDI El Hadj	Professeur	Examineur	Université de Ferhat Abbas-Sétif 1
Pr. DELAUNOIS Fabienne	Professeur	Invitée	Université de MONS-Belgique



# *Remerciements*

Louange à notre Seigneur « ALLAH », qui nous a dotés de la merveilleuse faculté de raisonnement. Louange à notre Créateur qui nous a incités à acquérir le savoir. C'est à lui que j'adresse toute ma gratitude en premier lieu.

Je tiens à remercier tout particulièrement mon encadrant le Professeur BOUMERZOUG Zakaria pour ses conseils qui m'ont été précieux, sa patience ainsi que toutes les suggestions et remarques qu'il a formulées tout au long de ce travail.

Je remercie le Professeur DELAUNOIS Fabienne, Chef de service de Métallurgie à l'université de MONS en Belgique pour son collaboration et son aide précieux

Mes remerciements vont également à Messieurs les Professeurs OUKADI El Hadj et LOUCIF Kamel, qui ont accepté d'être les rapporteurs de cette thèse et dont les remarques et commentaires m'ont permis de corriger certaines erreurs et d'améliorer la compréhension de ce mémoire.

Monsieur OMARI Mahmoud, président du jury de thèse, a accepté de me consacrer son temps en examinant le manuscrit. J'en suis honoré et je lui exprime toute ma profonde reconnaissance.

Je remercie le Pr. VITRY Véronique, Dr. Victor Stanic, Mr. COLMANT-MIDOL Sébastien, Mr. MEGRET Alexandre et Mr. POUILLE Daniel, personnel du service de Métallurgie à l'Université de MONS-Belgique qui, de par leurs conseils et bienveillance, m'ont facilité le travail au sein du département.

Mes remerciements s'adressent également à toutes les personnes qui ont collaboré à la réalisation de ce travail. En particulier :

- Dr. KHERROUBA Nabil pour l'intérêt qu'il a porté à ce travail, pour son encouragement et sa disponibilité.

- Dr. MELIK Wafa pour ses aides et son support

Je remercie mes parents qui m'ont toujours donné les moyens de réussir ce que j'entreprenais ; qui m'ont toujours soutenu et aidé et que je ne remercierai jamais assez.

# *Dédicaces*

Je dédie ce travail

Avant tout, à mes parents qui  
m'ont épaulé tout le long de  
ma vie, qui ont été un modèle  
pour moi

A mes sœurs, ma femme et à tous les  
membres de ma famille pour  
leur soutien moral

A mes amis et tous ceux qui  
me sont chers.

## **Abstract**

This doctoral thesis was carried out as part of a WBI scientific collaboration project between the University of Biskra directed by Pr. Zakaria BOUMERZOUG and the University of Mons in Belgium directed by Pr. Fabienne DELAUNOIS.

The aim of this investigation is to study the effect of time and temperature on the solid state diffusion welding of commercial aluminum alloy 2xxx series with a pure copper at 450°C, 475 °C, 500°C, and 525°C during holding times from 15 min to 240 min and to propose optimal welding temperature and holding time that permit to obtain a sound joint (defects-free and exhibiting a minimum IMCs). The main characterization techniques were optical microscopy, scanning electron microscopy, energy dispersive spectrometry, nanoindentation, microhardness measurements, and X-ray diffraction. Results showed that increasing the temperature and the holding time had an effect on the apparition of the intermetallics at the Al alloy/Cu interface. Five intermetallic phases namely  $Al_2Cu$ ,  $AlCu$ ,  $Al_3Cu_4$ ,  $Al_2Cu_3$  and  $Al_4Cu_9$  were identified at the interface. The micromechanical properties of the welded joint Al/Cu alloy varied also with the time and temperature. The nanoindentation measurements showed that the highest values of hardness were recorded in  $AlCu$  and  $Al_3Cu_4$  phases. The optimal welding parameters that permitted to obtain a sound joint were:  $T=500^\circ C$  and  $t=15min$ .

## **Résumé**

Cette thèse de doctorat a été réalisée dans le cadre d'un projet de collaboration scientifique WBI entre l'université de Biskra sous la direction du Pr.Zakaria BOUMERZOUG et l'université de Mons en Belgique sous la direction du Pr. Fabienne DELAUNOIS.

Le but de ce travail est d'étudier l'effet du temps et de la température sur le soudage par diffusion à l'état solide d'un alliage d'Aluminium commercial de la série 2xxx avec du Cuivre pur à 450°C, 475°C, 500°C et 525°C pendant des temps de maintien allant de 15 min à 240 min et de proposer une température de soudage et un temps de maintien optimaux qui permettent d'obtenir un joint sain (sans défauts et présentant un minimum d'IMCs). Les principales techniques de caractérisation sont la microscopie

optique, la microscopie électronique à balayage équipée d'une spectrométrie à dispersion d'énergie (EDS), les tests de nanoindentation, les mesures de micro-dureté et la diffraction des rayons X. Les résultats montrent que l'augmentation de la température et du temps de maintien a un effet sur l'apparition des intermétalliques à l'interface de l'alliage Al/Cu. Cinq phases intermétalliques, à savoir  $Al_2Cu$ ,  $AlCu$ ,  $Al_3Cu_4$ ,  $Al_2Cu_3$  et  $Al_4Cu_9$ , ont été identifiées au niveau de l'interface. Les propriétés micromécaniques du joint soudé alliage Al/Cu ont également varié avec le temps et la température. Les mesures de nanoindentation ont montré que les valeurs de dureté les plus élevées ont été enregistrées dans les phases  $AlCu$  et  $Al_3Cu_4$ . Les paramètres de soudage optimaux qui ont permis d'obtenir un joint sain sont :  $T=500^{\circ}C$  et  $t=15min$ .

## ملخص

تم تنفيذ أطروحة الدكتوراه هذه كجزء من مشروع تعاون علمي بين جامعة بسكرة تحت اشراف البروفيسور زكريا بومرزوق وجامعة مونس في بلجيكا تحت اشراف البروفيسورة فابيان دولونوا

الهدف من هذا العمل هو دراسة تأثير الوقت ودرجة الحرارة على اللحام الانتقالي في الحالة الصلبة لسبائك الألومنيوم التجارية من سلسلة 2xxx مع النحاس النقي عند 450 درجة مئوية ، 475 درجة مئوية ، 500 درجة مئوية و 525 درجة مئوية خلال أوقات تتراوح من 15 دقيقة إلى 240 دقيقة ولاقتراح درجة حرارة اللحام ووقت الثبات المثاليين الذي ينتج عنه وصلة جيدة (دون عيوب ومع حد أدنى من مقدار المعادن البينية). تقنيات التوصيف الرئيسية هي الفحص المجهرى الضوئى ، المسح المجهرى الإلكتروني المجهز بمقياس طيف تشتت الطاقة (EDS) ، اختبارات تضريس الفجوات، قياسات الصلادة الدقيقة وحيود الأشعة السينية. وأظهرت النتائج أن زيادة درجة الحرارة ووقت الاحتفاظ له تأثير على مظهر المعادن البينية في المساحة البينية Al / Cu. تم تحديد خمس مركبات من المعادن البينية في المساحة البينية ، وهي  $Al_2Cu$  و  $AlCu$  و  $Al_3Cu_4$  و  $Al_2Cu_3$  و  $Al_4Cu_9$ . كما تغيرت الخصائص الميكانيكية الدقيقة للوصل الملحوم بسبائك Al / Cu باختلاف الوقت ودرجة الحرارة. أظهرت قياسات تضريس الفجوات أنه تم تسجيل أعلى قيم صلادة في المعدنين البينين  $AlCu$  و  $Al_3Cu_4$ . معايير اللحام المثالية التي جعلت من الممكن الحصول على وصلة سليمة هي  $T = 500$  : درجة مئوية و  $t = 15$  دقيقة.

# Table des matières

## Résumé

Table de matière

Liste des Figures

Liste des Tableaux

## Introduction Générale

### Chapitre I : Techniques de soudage : Application aux assemblages Aluminium/Cuivre

<b>I.1.</b> Généralités sur le soudage hétérogène.....	<b>4</b>
<b>I.2.</b> Problématique du soudage Aluminium/Cuivre.....	<b>5</b>
<b>I.3.</b> Techniques de soudage.....	<b>6</b>
<b>I.3.1.</b> Soudage par fusion.....	<b>6</b>
<b>I.3.1.1.</b> Soudage à l'arc électrique.....	<b>6</b>
<b>I.3.1.2.</b> Soudage par faisceaux d'électrons.....	<b>9</b>
<b>I.3.1.3.</b> Soudage par faisceau Laser.....	<b>10</b>
<b>I.3.1.4.</b> Soudage par Résistance.....	<b>13</b>
<b>I.3.2.</b> Soudage à l'état solide.....	<b>16</b>
<b>I.3.2.1.</b> Soudage par friction malaxage.....	<b>16</b>
<b>I.3.2.2.</b> Soudage par Ultrason.....	<b>17</b>
<b>I.3.2.3.</b> Soudage par Impulsion magnétique.....	<b>18</b>
<b>I.3.2.4.</b> Soudage par Explosion.....	<b>20</b>
<b>I.3.2.5.</b> Soudage par Diffusion.....	<b>23</b>
<b>I.4.</b> Avantages et inconvénients du soudage par diffusion.....	<b>24</b>
<b>I.5.</b> Applications du soudage par diffusion.....	<b>25</b>
Références bibliographiques.....	<b>26</b>
<b>Chapitre II : Soudage par diffusion à l'état solide de l'Aluminium/Cuivre</b>	
<b>II.1.</b> Principe et paramètres de soudage par diffusion.....	<b>30</b>
<b>II.1.1.</b> Généralités.....	<b>30</b>

II.1.2. Présentation du procédé de soudage par diffusion.....	31
II.1.3. Mécanismes physiques de formation de l'interface.....	32
II.1.3.1. Croissance d'une seule phase.....	32
II.1.3.2. Croissance simultanée de deux phases.....	34
II.1.3.3. Formation séquentielle de phases.....	36
II.1.4. Influence des paramètres de soudage.....	37
II.1.4.1. Etat de surface.....	37
II.1.4.2. La température.....	39
II.1.4.3. Le temps de maintien.....	40
II.1.4.4. La pression.....	41
II.1.4.5. Influence de l'atmosphère.....	43
II.2. Revue bibliographique sur le soudage par diffusion des joints Aluminium-Cuivre..	43
Références bibliographiques.....	55
<b>Chapitre III: Méthodes expérimentales et techniques de caractérisations</b>	
III.1. Matériaux d'étude.....	59
III.2. Préparation des échantillons à souder.....	60
III.3. Soudage par diffusion.....	61
III.4. Préparation métallographique.....	63
III.5. Techniques de caractérisation.....	64
III.5.1. Microscopie Optique.....	64
III.5.2. Diffraction des Rayons X.....	64
III.5.3. Microscopie électronique à Balayage.....	66
III.5.4. Microdureté.....	68
III.5.5. Tests de nanoindentation.....	69
III.5.6. Microscopie à force atomique.....	71
Références bibliographiques.....	75
<b>Chapitre IV: Résultats et Interprétations</b>	
IV.1. Les évolutions microstructurales.....	76
IV.2. Diffraction des Rayons X.....	83
IV.3. Microscopie électronique à Balayage-MEB.....	87

<b>IV.4.</b> Cinétique de croissance des IMCs.....	<b>91</b>
<b>IV.5.</b> Evolution de la micro-dureté.....	<b>99</b>
<b>IV.6.</b> Propriétés micromécaniques.....	<b>104</b>
<b>IV.7.</b> Propriétés magnétiques et Potentiel électrique.....	<b>109</b>
<b>IV.7.1.</b> Distrubitions magnétiques .....	<b>109</b>
<b>IV.7.2.</b> Distrubition du potentiel électrique .....	<b>112</b>
Références bibliographiques.....	<b>117</b>
<b>Conclusion Générale</b>	

## Liste des Figures

<b>Figure 1.1 :</b>	Diagramme binaire d'équilibre Al-Cu.....	<b>5</b>
<b>Figure 1.2 :</b>	Schéma des procédés (a) à l'électrode enrobée (b) Le soudage à électrode réfractaire.....	<b>7</b>
<b>Figure 1.3 :</b>	Schéma du procédé de soudage MIG/MAG.....	<b>7</b>
<b>Figure 1.4 :</b>	Image en mode BSE de la coupe transversale d'un joint Al-Cu soudé par procédé TIG : (a) formation des intermétalliques, (b) défauts de la soudure.....	<b>8</b>
<b>Figure 1.5 :</b>	Soudage par faisceau d'électrons.....	<b>9</b>
<b>Figure 1.6 :</b>	Soudage par faisceau d'électrons :(a) Représentation schématique du processus EBW , (b) Souder le côté supérieur ( c ) et le côté inférieur	<b>10</b>
<b>Figure 1.7 :</b>	Processus de création du capillaire.....	<b>11</b>
<b>Figure 1.8 :</b>	Schéma du processus soudage Laser.....	<b>11</b>
<b>Figure 1.9 :</b>	Schémas de la formation de composés intermétalliques lors du brasage laser et du vieillissement thermique (à 500 °C).....	<b>12</b>
<b>Figure 1.10 :</b>	Structure des soudures obtenue par soudage Laser.....	<b>12</b>
<b>Figure 1.11 :</b>	Le mécanisme du soudage par choc laser.....	<b>13</b>
<b>Figure 1.12 :</b>	Schéma de principe du soudage par point.....	<b>14</b>
<b>Figure 1.13 :</b>	Schéma du procédé thermo-compensé Al/Cu RSW.....	<b>14</b>
<b>Figure 1.14 :</b>	Courbes typiques charge-déplacement des joints Al/Cu et Al/Al.....	<b>15</b>
<b>Figure 1.15 :</b>	Schéma de principe du soudage FSW.....	<b>16</b>
<b>Figure 1.16 :</b>	Soudage par ultrasons :a) schéma du procédé b) machine de soudage.	<b>17</b>
<b>Figure 1.17 :</b>	Images SEM agrandies de coupes transversales de joints USWed Al / Cu avec une couche intermédiaire Al2219 placée entre les surfaces de contact (a) 600 J; (b) 900 J; (c) 1200 J; (d) 1500J ; (e) et (f) montrent la zone agrandie des boîtes en (d).....	<b>18</b>
<b>Figure 1.18 :</b>	Principe électro-magnéto-mécanique de la machine MPS.....	<b>19</b>
<b>Figure 1.19 :</b>	Déplacement du tube, extérieur sous l'impulsion du champ magnétique régnant dans la bobine.....	<b>19</b>
<b>Figure 1.20 :</b>	Développement typique de vortex pour une interface Al/Cu,(b) La formation en spirale du flux de cuivre.....	<b>20</b>
<b>Figure 1.21 :</b>	microstructures MEB de l'interface Al-Cu soudé par MPW.....	<b>20</b>
<b>Figure 1.22 :</b>	Schéma du procédé de soudage par explosion.....	<b>21</b>
<b>Figure 1.23 :</b>	Morphologie de l'interface Al-Cu pour différents rapports d'explosivité : (a) R=1, (b) R=1.4 , (c) R=1.6 and (d) R=2.2.....	<b>21</b>

<b>Figure 1.24 :</b>	Morphologie de la surface soudée avec des sensibilisateurs de type: a) HGMS ; b) EPS.....	<b>22</b>
<b>Figure 1.25 :</b>	Les morphologies macroscopiques de la tête conductrice cathodique inutilisées et utilisées à des moments différents.....	<b>23</b>
<b>Figure 1.26 :</b>	Schéma de principe du soudage par diffusion.....	<b>24</b>
<b>Figure 2.1 :</b>	Représentation schématique des différents stades du soudage par diffusion d'un assemblage homogène.....	<b>31</b>
<b>Figure 2.2 :</b>	Profil de concentration de l'élément A (partie gauche) prédit par le diagramme de phases (partie droite) pour le couple A/B après traitement thermique à une température $T_0$ .....	<b>33</b>
<b>Figure 2.3 :</b>	Représentation schématique de la croissance simultanée de deux phases A2B et AB par réaction à l'état solide entre deux éléments A et B.....	<b>35</b>
<b>Figure 2.4 :</b>	Effet de l'état de surface sur la contrainte de traction du couple Ti/ Acier inox.....	<b>38</b>
<b>Figure 2.5 :</b>	Courbe de limite de soudabilité de l'acier 15CDV6.....	<b>42</b>
<b>Figure 2.6 :</b>	Mappage EDS sur un joint Al-Cu.....	<b>44</b>
<b>Figure 2.7 :</b>	Effet de la pression de collage sur l'épaisseur de la couche d'interaction à (a) 5 MPa, (b) 8 MPa et (c) 12,5 MPa.....	<b>44</b>
<b>Figure 2.8 :</b>	Une présentation schématique du soudage par laminage à froid.....	<b>47</b>
<b>Figure 2.9 :</b>	Effet du temps de recuit sur l'épaisseur des couches IMCs.....	<b>48</b>
<b>Figure 2.10 :</b>	Croquis de l'appareil de brasage par induction.....	<b>48</b>
<b>Figure 2.11 :</b>	Image MEB du Joint Al-Cu traité thermiquement à 350 °C pendant 500 h.....	<b>49</b>
<b>Figure 2.12 :</b>	Une image BSE typique de stratifiés Al-Cu liés par diffusion réalisée à 450°C pendant 30 min.....	<b>50</b>
<b>Figure 2.13 :</b>	(a) Montage des pièces à souder, (b) éprouvette pour test de cisaillement.....	<b>50</b>
<b>Figure 2.14 :</b>	Distances de diffusion théorique et expérimentale.....	<b>51</b>
<b>Figure 2.15 :</b>	(a) Images MEB du revêtement Ni-P sur substrat Cu (b) Distribution des éléments majeurs (Cu, Ni, P).....	<b>52</b>
<b>Figure 2.16 :</b>	(a) Schéma des dimensions des échantillons du couple aluminium/ cuivre (b) Pressage à chaud sous vide.....	<b>53</b>
<b>Figure 2.17 :</b>	Micrographie BSE montrant les phases obtenues après le recuit à 500°C pendant 312 heures.....	<b>54</b>
<b>Figure 3.1 :</b>	Spectromètre à étincelage.....	<b>59</b>

<b>Figure 3.2 :</b>	Tronçonneuse sous lubrification.....	<b>60</b>
<b>Figure 3.3 :</b>	Polisseuse.....	<b>61</b>
<b>Figure 3.4 :</b>	(a) Support de montage (b) Clé dynamométrique de serrage.....	<b>61</b>
<b>Figure 3.5 :</b>	Four utilisé pour le soudage par diffusion.....	<b>62</b>
<b>Figure 3.6 :</b>	Paramètres de soudage par diffusion.....	<b>62</b>
<b>Figure 3.7 :</b>	Découpe perpendiculaire des joints soudés.....	<b>63</b>
<b>Figure 3.8 :</b>	Microscope optique de type HIROX Kh-8700 Digital.....	<b>64</b>
<b>Figure 3.9 :</b>	Schéma illustrant le principe de diffraction des rayons X.....	<b>65</b>
<b>Figure 3.10 :</b>	Principe du fonctionnement du MEB.....	<b>67</b>
<b>Figure 3.11 :</b>	Microscope électronique à Balayage utilisé.....	<b>68</b>
<b>Figure 3.12 :</b>	(a) Principe de microdureté Vickers, (b) Microduromètre (HM-200).....	<b>68</b>
<b>Figure 3.13 :</b>	Nano-indenteur Hysitron Tribo-indenter.....	<b>69</b>
<b>Figure 3.14 :</b>	Une courbe P - h typique dans un test d'indentation instrumenté.....	<b>70</b>
<b>Figure 3.15 :</b>	Microscopie à Force Atomique-AFM.....	<b>72</b>
<b>Figure 3.16 :</b>	Principe du Microscopie à Force Atomique-AFM.....	<b>72</b>
<b>Figure 3.17 :</b>	Schéma illustrant le mode MFM.....	<b>73</b>
<b>Figure 3.18 :</b>	Principe de scan en mode Peak Force KPFM Mode.....	<b>74</b>
<b>Figure 4.1 :</b>	Microstructures des joints soudés à 450°C :(a) 15min, (b) 30min, (c) 60min, (d) 120min et (e) 240min.....	<b>77</b>
<b>Figure 4.2 :</b>	Microstructures des joints soudés à 475°C :(a) 15min, (b) 30min, (c) 60min, (d) 120min et (e) 240min.....	<b>79</b>
<b>Figure 4.3 :</b>	Microstructures des joints soudés à 500°C :(a) 15min, (b) 30min, (c) 60min, (d) 120min et (e) 240min.....	<b>80</b>
<b>Figure 4.4 :</b>	Microstructures des joints soudés à 525°C :(a) 15min, (b) 30min, (c) 60min, (d) 120min, (e) 240min et (f) L'eutectique.....	<b>82</b>
<b>Figure 4.5 :</b>	Diffractogrammes des joints soudés à 450°C pendant : (a) 15min, (b) 240min.....	<b>84</b>
<b>Figure 4.6 :</b>	Diffractogrammes des joints soudés à 475°C pendant : (a) 15min, (b) 240min.....	<b>84</b>
<b>Figure 4.7 :</b>	Diffractogrammes des joints soudés à 500°C pendant : (a) 15min, (b) 240min.....	<b>85</b>
<b>Figure 4.8 :</b>	Diffractogrammes des joints soudés à 525°C pendant : (a) 15min, (b) 240min.....	<b>86</b>
<b>Figure 4.9 :</b>	(a) Micrographie, (b) Image BSE du joint alliage d'Al/Cu soudé à 450°C pendant 240min.....	<b>87</b>

<b>Figure 4.10 :</b>	Image MEB du joint soudé à 475°C pendant 120min.....	<b>89</b>
<b>Figure 4.11 :</b>	Image MEB du joint soudé à 525°C pendant 30min.....	<b>89</b>
<b>Figure 4.12 :</b>	Image MEB du joint soudé à 525°C pendant 120min (interface Al/Eutectique).....	<b>90</b>
<b>Figure 4.13 :</b>	Agrandissement de la zone A en figure 4.12.....	<b>91</b>
<b>Figure 4.14 :</b>	Variation de l'épaisseur de l'intermétallique Al <sub>2</sub> Cu.....	<b>93</b>
<b>Figure 4.15 :</b>	Variation de l'épaisseur de l'intermétallique Al <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> .....	<b>93</b>
<b>Figure 4.16 :</b>	Variation de l'épaisseur des intermétalliques AlCu+Al <sub>3</sub> Cu <sub>4</sub> .....	<b>94</b>
<b>Figure 4.17 :</b>	Variation de l'épaisseur des intermétalliques Al <sub>4</sub> Cu <sub>9</sub> .....	<b>94</b>
<b>Figure 4.18 :</b>	Logarithme népérien (Ln (k)) en fonction de la réciproque (1/T) pour l'intermétallique Al <sub>2</sub> Cu.....	<b>95</b>
<b>Figure 4.19 :</b>	Logarithme népérien (Ln (k)) en fonction de la réciproque (1/T) pour l'intermétallique Al <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> .....	<b>95</b>
<b>Figure 4.20 :</b>	Logarithme népérien (Ln (k)) en fonction de la réciproque (1/T) pour les intermétalliques AlCu+Al <sub>3</sub> Cu <sub>4</sub> .....	<b>96</b>
<b>Figure 4.21 :</b>	Logarithme népérien (Ln (k)) en fonction de la réciproque (1/T) pour l'intermétallique Al <sub>4</sub> Cu <sub>9</sub> .....	<b>96</b>
<b>Figure 4.22 :</b>	Schéma représentatif de la séquence d'apparition des phases Intermétalliques : (a) Al/Cu (b) apparition de Al <sub>2</sub> Cu et Al <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> (c) apparition de AlCu et Al <sub>3</sub> Cu <sub>4</sub> (d) apparition de Al <sub>4</sub> Cu <sub>9</sub> .....	<b>98</b>
<b>Figure 4.23 :</b>	Empreintes engendrées lors des essais de microdureté.....	<b>99</b>
<b>Figure 4.24 :</b>	Evolution de la microdureté des joints soudés à 450°C.....	<b>101</b>
<b>Figure 4.25 :</b>	Evolution de la microdureté des joints soudés à 475°C.....	<b>101</b>
<b>Figure 4.26 :</b>	Evolution de la microdureté des joints soudés à 500°C.....	<b>102</b>
<b>Figure 4.27 :</b>	Evolution de la microdureté des joints soudés à 525°C.....	<b>103</b>
<b>Figure 4.28 :</b>	Empreinte de nanoindentation sur chaque phase.....	<b>104</b>
<b>Figure 4.29 :</b>	Evolutions de la microdureté et du module d'Young en fonction de la profondeur de l'indentation.....	<b>105</b>
<b>Figure 4.30 :</b>	Courbes de charge-déplacement (P-h).....	<b>106</b>
<b>Figure 4.31 :</b>	(a) Microdureté (H) et (b) module d'Young's (E) de chaque phase du joint alliage d'Aluminium/Cuivre soudé à 500°C pendant 240min	<b>107</b>
<b>Figure 4.32 :</b>	Distribution magnétique du joint soudé à 450°C pendant 30min.....	<b>109</b>
<b>Figure 4.33 :</b>	Distribution magnétique du joint soudé à 525°C pendant 30min.....	<b>110</b>

<b>Figure 4.34 :</b>	Distribution magnétique de l'eutectique du joint soudé à 525°C pendant 120min.....	<b>111</b>
<b>Figure 4.35 :</b>	Distribution du potentiel électrique à l'interface du joint soudé à 450°C pendant 60min : (a) cartographie (b) profil du potentiel.....	<b>113</b>
<b>Figure 4.36 :</b>	Distribution du potentiel électrique à l'interface du joint soudé à 525°C pendant 15min : (a) cartographie (b) profil du potentiel.....	<b>114</b>
<b>Figure 4.37 :</b>	Distribution du potentiel électrique de l'eutectique du joint soudé à 525°C pendant 120min : (a) cartographie (b) profil du potentiel.....	<b>115</b>

## Liste des Tableaux

<b>Tableau 2.1 :</b>	Paramètres du soudage par diffusion et résultats d'inspection visuelle des joints Al-Cu, Al-Ni-Cu et Al-Ag-Cu.....	<b>46</b>
<b>Tableau 3.1 :</b>	Composition chimique des métaux de base à souder.....	<b>59</b>
<b>Tableau 3.2 :</b>	Conditions opératoires de l'analyse des phases par rayons X.....	<b>65</b>
<b>Tableau 4.1 :</b>	Analyse EDS ponctuel des différentes régions présentées en Figure 4.9(b).....	<b>88</b>
<b>Tableau 4.2 :</b>	paramètres thermocinétique calculés.....	<b>97</b>
<b>Tableau 4.3 :</b>	Données cristallographiques et températures de fusion ou décomposition des phases intermédiaires existantes à basses températures dans le système Al-Cu.....	<b>108</b>

## Introduction générale

Le soudage dissimilaire des métaux est largement utilisé dans de nombreuses industries car il permet d'obtenir des structures sûres combinant des propriétés mécaniques élevées et un bon coût. Ainsi, les jonctions hétérogènes ont été largement utilisées dans l'industrie en raison de leurs bonnes propriétés physiques, chimiques et mécaniques, qui ne peuvent être obtenues à partir d'un seul matériau. Le fait de pouvoir souder des métaux initialement difficilement soudables dans le but d'obtenir des joints durables et de haute résistance mécanique est en lui-même un défi raisonnable pour les applications industrielles. Cela peut être réalisé en utilisant diverses méthodes, allant du soudage par fusion au soudage à l'état solide.

Le soudage dissimilaire de l'aluminium (Al) avec du cuivre (Cu) est largement utilisé dans les industries de l'énergie électrique, de l'électronique et de la tuyauterie. De nombreux travaux de recherche ont étudié ces joints hétérogènes Al-Cu réalisés par des procédés de soudage à l'état solide et de soudage par fusion afin d'optimiser leurs propriétés et leur résistance. Les joints Al-Cu réalisés par un procédé de soudage par fusion conduisent généralement à l'apparition de composés intermétalliques (IMCs) fragiles, qui provoquent une rupture lors du refroidissement. En outre, il a été signalé que l'augmentation de la résistivité électrique des joints Al/Cu est associée à la formation de ces IMCs, qui agissent comme une source de chaleur supplémentaire pendant la transmission du courant électrique. Par ailleurs, la présence de défauts de soudage dans l'interface entraîne une mauvaise conductivité des joints.

L'un des avantages du soudage à l'état solide du Cuivre avec l'Aluminium est qu'il peut réduire la formation et la croissance des IMCs apparaissant au niveau de l'interface en introduisant une déformation plastique importante et en réduisant ensuite la température et le temps de soudage. Les principaux procédés de soudage à l'état solide sont le soudage par friction, le soudage par ultrasons, le soudage par explosion, le soudage par laminage à froid et le soudage par diffusion, qui est un procédé de soudage à l'état solide utilisé pour assembler des métaux similaires et différents. Ce procédé est basé sur le principe de la diffusion à l'état solide, dans lequel les atomes de deux surfaces métalliques solides s'entremêlent au fil du temps. Les principaux avantages du soudage par diffusion sont l'obtention de liaisons de

haute qualité, et la possibilité de produire des joints avec une faible porosité et une bonne continuité à travers l'interface. Il est bien connu que cinq phases IMCs d'équilibre telles que  $\text{Al}_2\text{Cu}$  ( $\theta$ ),  $\text{AlCu}$  ( $\eta_2$ ),  $\text{Al}_3\text{Cu}_4$  ( $\zeta_2$ ),  $\text{Al}_2\text{Cu}_3$  ( $\delta$ ) et  $\text{Al}_4\text{Cu}_9$  ( $\gamma_2$ ) pourraient être formées lors du soudage par diffusion entre Al et Cu à une température proche de 500°C.

Dans ce contexte, le présent travail vise (i) à mettre en lumière les évolutions microstructurales accompagnant le soudage par diffusion à l'état solide de l'alliage d'Aluminium/Cuivre. (ii) déterminer et discuter les paramètres thermocinétiques ( $n$ ,  $k$  et  $Q$ ) en corrélation avec les évolutions microstructurales induites. (iii) évaluer les propriétés micromécaniques des différentes phases IMCs (en particulier la microdureté  $H$  et le module d'Young  $E$ ). L'objectif étant de proposer les conditions de température de soudage et temps de maintien optimales pour avoir un joint sain (absence de pores, de défauts et minimisation des phases intermétalliques). Le procédé de diffusion à l'état solide a été réalisé à 425°C, 475°C, 500°C et 525°C pendant des temps de maintien allant de 15 min à 240 min. Les propriétés micromécaniques ainsi que les évolutions microstructurales des joints soudés ont été étudiées à l'aide d'un microscope optique, d'un microscope électronique à balayage équipé d'une spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS), de la diffraction des rayons X, des mesures de microdureté, des tests de nanoindentation et d'un microscope à force atomique.

Afin de bien mener cette étude, le présent document est scindé en deux parties :

- Une première partie théorique consacrée à la synthèse bibliographique, qui est elle-même divisée en deux chapitres :
  - a- Le premier chapitre qui regroupe des notions générales sur le soudage dissimilaire d'alliage d'Aluminium avec le Cuivre en utilisant les différentes techniques de soudage (par fusion et à l'état solide).
  - b- Le second chapitre est exclusivement consacré au soudage par diffusion de l'alliage d'Aluminium avec le Cuivre. Une attention particulière est donnée aux mécanismes de soudage par diffusion. Aussi, un état d'art récent et détaillé a été dressé afin de mieux mettre en évidence la problématique sujette de ce travail ainsi que les objectifs à atteindre.
- Une seconde partie expérimentale divisée en deux chapitres :
  - c- Un chapitre techniques expérimentales dédié à une description très détaillée des différentes investigations expérimentales réalisées afin de

répondre à la problématique et aux objectifs préalablement définis.

- d- Un chapitre résultats et discussions regroupant les différents résultats obtenus ainsi que leurs interprétations. Ceci nous a permis de proposer les conditions optimales de soudage en terme de température et de temps de maintien afin d'obtenir un joint de meilleurs propriétés.

Une dernière partie regroupant les conclusions générales issues du présent travail ainsi que quelques perspectives pour de futures études clôturera ce document.

Cette thèse a été réalisée dans le cadre d'un projet de coopération WBI entre l'équipe du professeur Boumerzoug Zakaria de l'université de Biskra et celle du professeur Fabienne Delaunois de l'université De Mons-Belgique.

# **Chapitre I**

**Techniques de soudage :**

**Application aux**

**assemblages**

**Aluminium/Cuivre**

# **Chapitre I : Techniques de soudage : Application aux assemblages Aluminium/Cuivre**

## **I.1. Généralités sur le soudage hétérogène**

De nos jours, la recherche de nouveaux designs permettant, soit d'assurer une fonction non atteinte, soit d'alléger une structure, est de la plus haute importance et conduit assez souvent à l'association de différents matériaux. Aussi, le défi consistant à assembler deux matériaux dissimilaires est d'autant plus stimulant compte tenu du comportement différent de chaque matériau vis-à-vis de l'autre particulièrement au niveau de la jonction. Un assemblage hétérogène sain est un assemblage qui a la résistance mécanique à minimum de celle du plus faible des matériaux à assembler et une ductilité suffisante pour éviter la rupture dans la zone de liaison.

La problématique des assemblages dissimilaires est la zone de transition entre les matériaux et plus particulièrement les composés intermétalliques qui peuvent se former. La ductilité, la sensibilité à la fissuration et la susceptibilité à la corrosion de la zone de liaison ainsi que la quantité de composés intermétalliques et leurs dispositions dans cette zone peuvent déterminer la fiabilité de l'assemblage.

Des composés intermétalliques très fragiles se forment lorsque les métaux comme l'acier, le cuivre, le magnésium ou le titane sont soudés avec l'aluminium. Il est aussi important d'avoir une zone de solubilité entre les matériaux à souder. Dans quelques cas, quand il n'y a pas de solubilité entre les matériaux à souder ou bien une trop grande réactivité chimique, il est nécessaire d'utiliser un troisième matériau agissant comme une barrière intermédiaire (matériau de transition), qui confèrera un intervalle commun de fusion ou une limitation des réactions chimiques ou une zone de solubilité entre les deux matériaux dissimilaires.

Les facteurs importants pour l'assemblage dissimilaire sont les propriétés physico-chimiques des deux matériaux à souder. Celles-ci vont influencer énormément les caractéristiques de la zone de liaison. Ainsi, en tenant compte de ces propriétés, une large différence de coefficient de dilatation peut générer des tensions internes dans la zone intermétallique (associées à une grande dureté et fragilité) pendant le refroidissement et conduire à la fissuration. Aussi, les intervalles de température choisis pendant le soudage doivent être envisagés pour optimiser mieux la zone de continuité. Pour le soudage des métaux avec différentes propriétés thermiques, un apport de chaleur par énergie concentrée constitue un avantage [1].

En fonction des propriétés des couples des matériaux, les assemblages hétérogènes peuvent être classifiés en joints :

- avec une miscibilité partielle (ex. : Al-Cu) ;
- avec des propriétés thermo-physiques très différentes (ex. : Ti-Tantale) ;
- qui présentent la formation des phases intermétalliques aux interfaces (ex : Al-Cu ; Al-Fe ;Ti-Al).

## I.2. Problématique du soudage Aluminium/Cuivre

Il est connu que le soudage par fusion entre les alliages d'Aluminium et le Cuivre n'est pas faisable à cause de la formation de composés intermétalliques fragiles. Pour cette raison, le développement d'une méthode d'assemblage dissimilaire qualitative pour l'alliage aluminium - Cuivre constitue un défi technique.

Pour comprendre les transformations qui se produisent dans le système Al – Cu, le diagramme d'équilibre binaire Al – Cu est exploité. Les principales phases dans le système sont mises en évidence sur le diagramme binaire Al-Cu (figure 1.1).

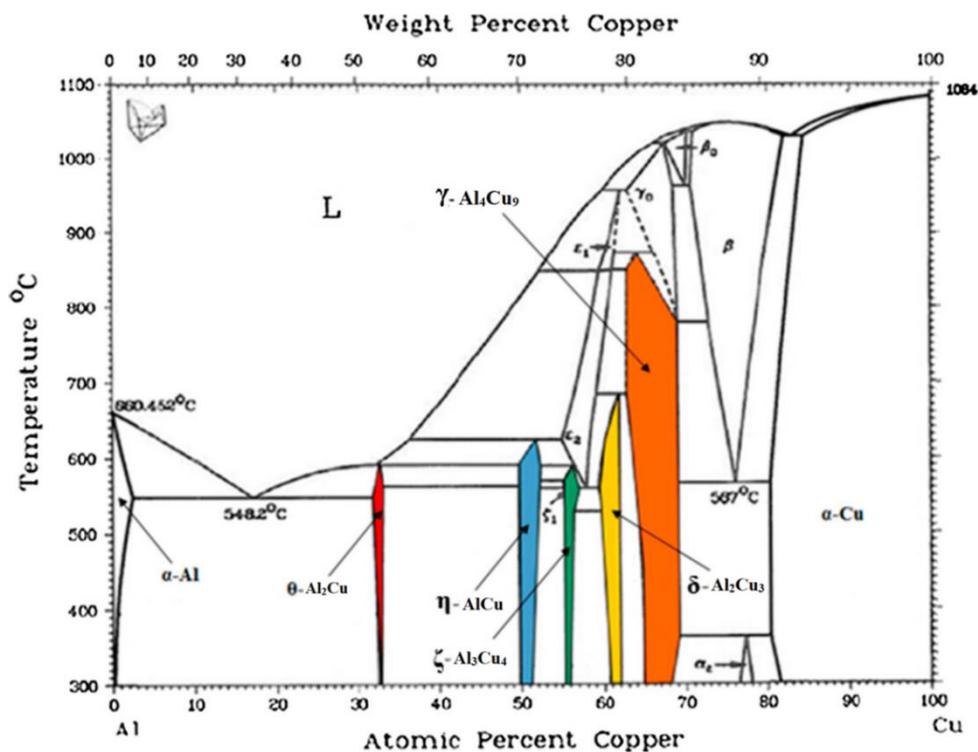


Figure 1. 1: Diagramme binaire d'équilibre Al-Cu [2].

Généralement, il est difficile d'éviter complètement la formation des phases intermétalliques (IMCs) lorsque l'Aluminium et le Cuivre sont assemblés, quelle que soit la méthode utilisée. En effet, l'Aluminium et le Cuivre sont faiblement miscibles (la miscibilité maximale du Cu dans Al est de 5,65% en poids à 548 °C, mais quand sa teneur dépasse 5,65%(poids), des phases intermétalliques binaires à savoir l' $Al_2Cu$ ,  $AlCu$ ,  $Al_3Cu_4$ ,  $Al_2Cu_3$  et  $Al_4Cu_9$ , peuvent se former en bordure des grains. Ces précipitations sont indésirables à cause de leurs propriétés physiques (particulièrement leurs propriétés mécaniques) [3].

La caractérisation des phases intermétalliques, montre des similarités de propriétés nano-mécaniques. Le module élastique est réduit et la dureté est élevée. Avec une forte dureté et un module d'élasticité réduit, les phases intermétalliques sont malfaisantes pour l'assemblage, et sont la principale cause de fissuration et d'échec des assemblages [4].

### **I.3. Techniques de soudage**

**Pour souder les métaux**, on peut obtenir la continuité de la matière, soit par fusion, soit par pression. Par fusion, la continuité s'établit au refroidissement, à partir de l'état liquide. Le soudage à cet égard s'apparente à une opération de fonderie localisée. Par pression, la continuité est obtenue sous un effort mécanique à une température convenable avec déformation plastique. Le soudage peut être considéré alors comme étant une opération de forgeage localisée.

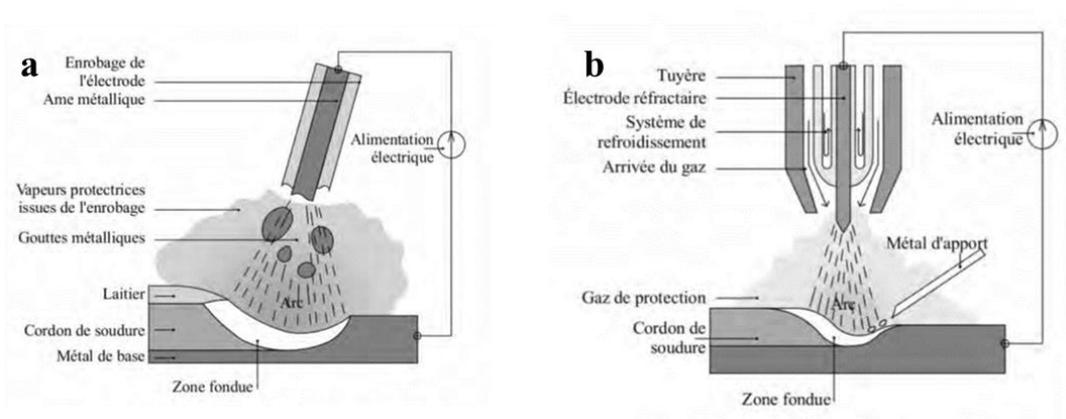
#### **I.3.1. Soudage par fusion**

La plupart des procédés de soudage en phase liquide ont été développés depuis la fin du XIXe siècle puisque avant on ne disposait pas de moyens pour focaliser l'énergie de manière à faire fondre les métaux localement. Dans l'industrie, le procédé le plus utilisé pour construire des assemblages de matériaux est le soudage en phase liquide [5]. Nous allons voir comment il est adapté pour le soudage dissimilaire Aluminium /Cuivre.

##### **I.3.1.1 Soudage à l'arc électrique**

Les techniques de soudage à l'arc peuvent être divisées en trois catégories :

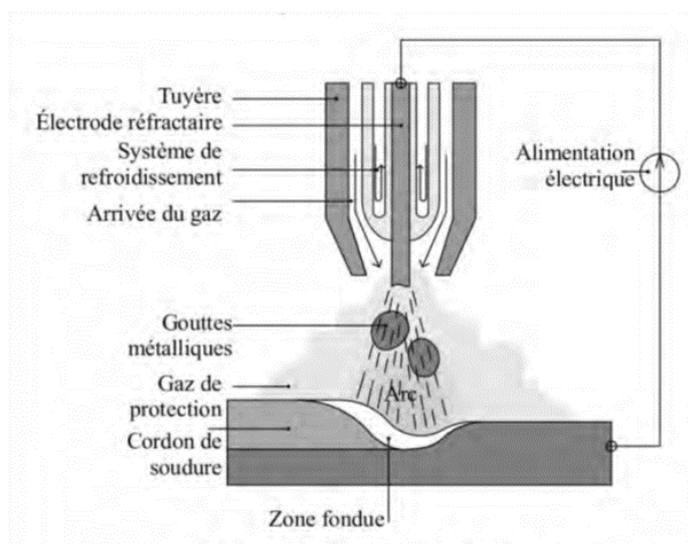
La première regroupe les méthodes utilisant des **électrodes enrobées**. L'électrode est constituée d'un fil à cœur d'acier et d'un flux d'enrobage. Un arc électrique de faible voltage mais de forte intensité fait fondre le métal de base et l'électrode (figure 1.2(a)).



**Figure 1. 2:** Schéma des procédés (a) à l'électrode enrobée (b) Le soudage à électrode réfractaire [6].

La deuxième, aussi appelé TIG, s'appuie sur des électrodes non fusibles (réfractaires) avec un apport de métal extérieur, l'arc est généré entre une électrode en tungstène non fusible et les pièces à souder. L'apport de métal se fait de manière externe au moyen d'une baguette métallique. Un gaz inerte est soufflé au travers d'une buse pour éviter la présence d'oxygène dans le métal fondu et éviter l'oxydation de l'électrode réfractaire (figure 1.2(b)).

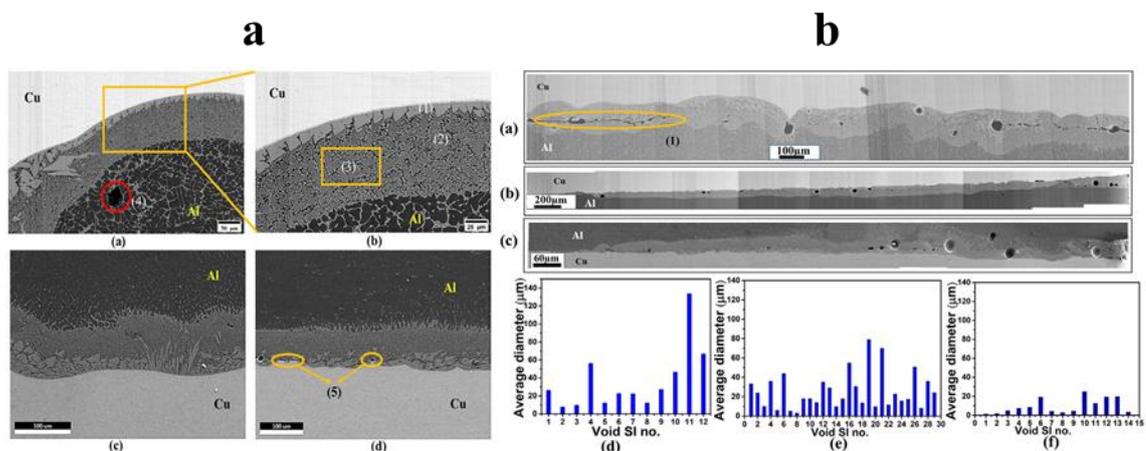
La dernière concerne la soudure à électrodes fusibles dans laquelle figure le soudage MIG et MAG. Ces procédés (figure 1.3) sont des techniques semi-automatiques utilisant un flux gazeux. Si le gaz utilisé pour créer l'atmosphère d'ionisation est inerte, il s'agit du procédé MIG tandis que s'il est actif (mélange d'argon et de dioxyde de carbone généralement), c'est le procédé MAG [6].



**Figure 1. 3:** Schéma du procédé de soudage MIG/MAG [6].

L'assemblage par recouvrement de Cuivre pur et l'alliage d'Aluminium AA6061-T6 est soudé par soudage TIG [7] et la qualité du joint est examinée à l'aide d'une image de microstructure (figure 1.4), d'une analyse de composition et d'un test de cisaillement en traction d'un échantillon soudé à différents paramètres de soudage.

Comme il n'y a pas de travail systématique disponible pour assembler des feuilles de Cu et d'Al à l'aide de TIG, les travaux actuels se sont donc concentrés sur l'identification de la procédure correcte et des paramètres de processus pour obtenir une soudure de bonne qualité.



**Figure 1. 4:** Image en mode BSE de la coupe transversale d'un joint Al-Cu soudé par procédé TIG : (a) formation des intermétalliques, (b) défauts de la soudure [7].

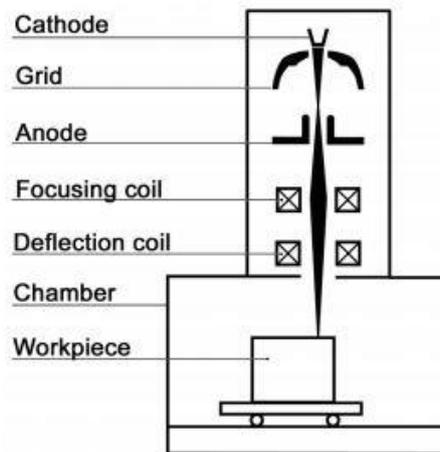
Les conclusions suivantes sont tirées sur la base des résultats obtenus dans [7] :

- La qualité de la soudure est très sensible à la vitesse de soudage en raison de la diffusion thermique élevée du Cu et de la grande différence de point de fusion entre Al et Cu.
- L'augmentation du courant favorise la fusion correcte du Cu et de l'Al, mais au-delà d'une valeur critique entraîne la formation de vides et la délamination au bord du cordon de soudure, provoquant des fissures de solidification et une réduction de la résistance du joint.
- Le point de fusion élevé et la forte dissipation de chaleur près de la plaque de Cu provoquent une solidification unidirectionnelle et la formation de grains cellulaires près de la plaque de Cu, alors que la couche d'IMCs formée près de la plaque d'Al est plus large avec une dispersion d'intermétalliques sous forme de dendrite colonnaire.

### I.3.1.2. Soudage par faisceaux d'électrons

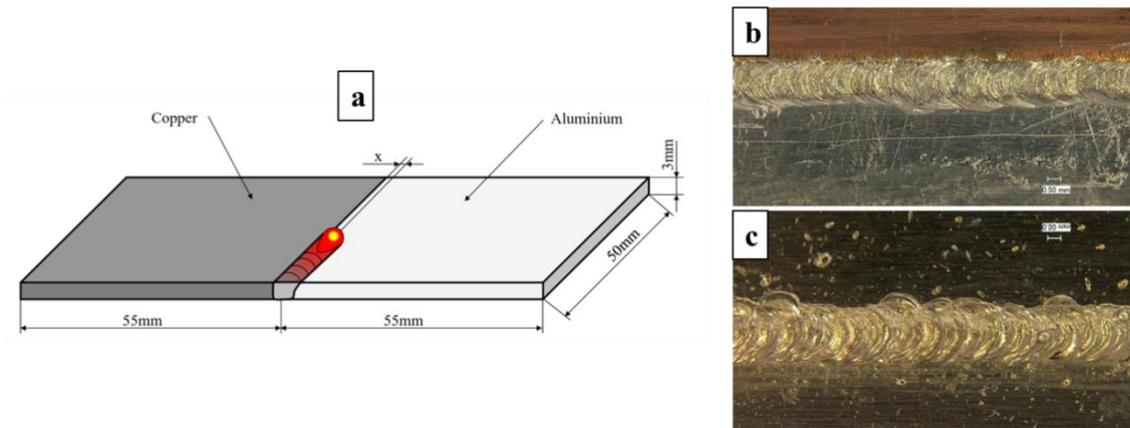
Le soudage par faisceau d'électrons utilise un faisceau d'électrons à très haute énergie pour produire une pénétration profonde et étroite. Les caractéristiques importantes de ce procédé incluent la densité d'énergie élevée, qui permet de faire fondre l'espace entre deux pièces sans problème de distorsion. Les soudures sont normalement réalisées comme des soudures bout à bout. Le soudage par faisceau d'électrons est souvent utilisé pour les matériaux avancés et les pièces complexes et critiques telles que les rotors de turbine.

Le canon à électrons (figure 1.5) est alimenté par une source d'alimentation haute tension (30–175 kV), mais à faible courant (moins de 1 A). Les électrons sont accélérés à partir de l'anode et sont focalisés et déviés par des bobines magnétiques d'une manière similaire à celle utilisée dans les écrans de télévision et d'ordinateur.[8]



**Figure 1. 5:** Soudage par faisceau d'électrons [8].

Dans le cadre de travail de Otten et al. [9], le soudage par faisceau d'électrons sur des plaques Al-Cu est examiné (figure 1.6). L'accent est mis sur l'identification des différentes phases et sur leur influence sur la résistance à la traction.



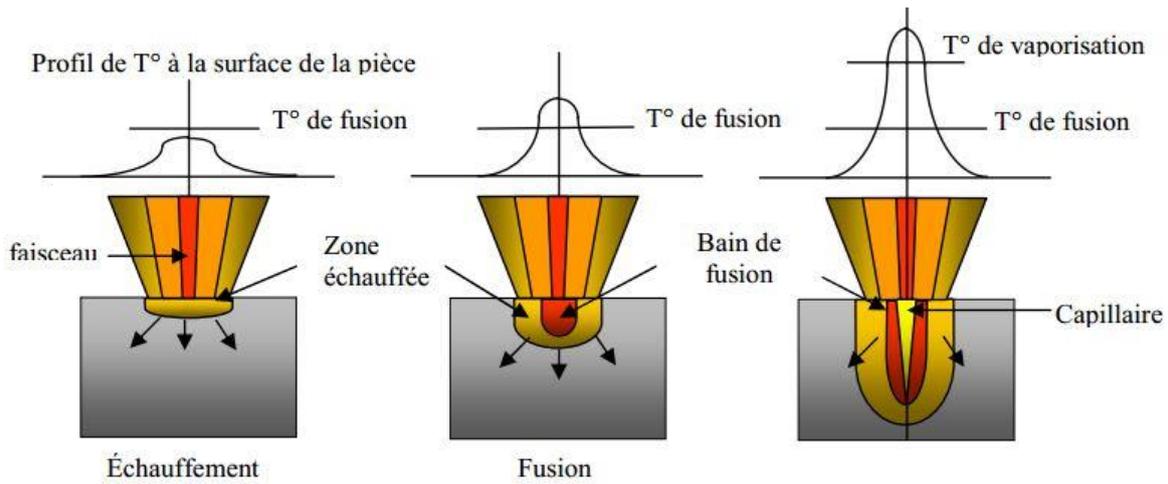
**Figure 1. 6:** Soudage par faisceau d'électrons : (a) Représentation schématique du processus EBW , (b) Souder le côté supérieur ( c ) et le côté inférieur [9].

Des soudures saines de la combinaison de matériaux aluminium-cuivre ont été réalisées par micro-soudage par faisceau d'électrons. Il a été démontré que le contrôle du taux de fusion des métaux est un facteur important pour un soudage sans défaut de ces métaux dissemblables. Le rapport peut être contrôlé par la position du faisceau. Une déflexion de 0,4 mm sur la tôle d'aluminium permet d'obtenir une résistance à la traction de 104 MPa, ce qui est supérieur à une soudure homogène d'Aluminium.

L'étude des faciès de rupture permet la présentation d'un mécanisme de rupture possible des joints dissemblables Al-Cu. Après, La fissure commence dans des régions fortement déformées à l'intérieur de la couche intermétallique [9].

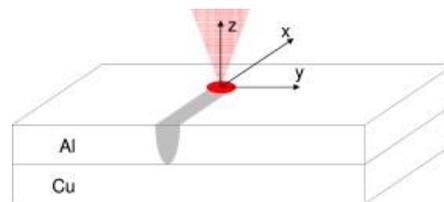
### **I.3.1.3. Soudage par faisceau Laser**

Un faisceau laser est orienté par un jeu de miroirs ou par fibre optique de la source vers une tête de soudage où il est absorbé par la surface des pièces à souder en se transformant en chaleur. Il se forme alors un puits étroit qui se propage dans la matière formant ainsi ce que l'on appelle capillaire ou keyhole. Ce dernier, de diamètre à peine supérieur à celui du faisceau, est physiquement occupé par des vapeurs métalliques ionisées à très haute température et ses parois sont tapissées de métal en fusion comme le montre la figure 1.7.



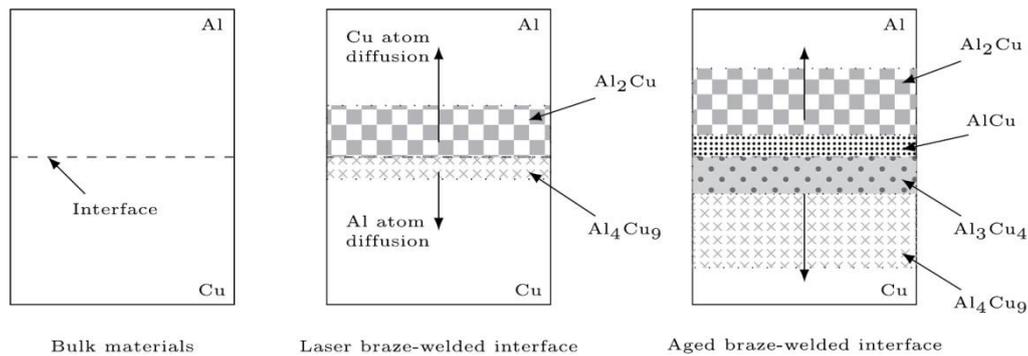
**Figure 1. 7:** Processus de création du capillaire [10].

Différents travaux de Tobias Solchenbach et ses collaborateurs ont été mené sur le soudage laser des joints Al-Cu (figure1.8) utilisés dans les interconnexions Al/Cu au niveau des batteries Lithium-ion,[11]–[13]. Un nouveau procédé de soudo-brasage au laser pour des connexions Al-Cu dissemblables a été développé dans lequel la couche d'aluminium à point de fusion inférieur est fondue et mouille la surface du cuivre. La couche de Cu reste à l'état solide pendant tout le processus.



**Figure 1. 8:** Schéma du processus soudage Laser [11].

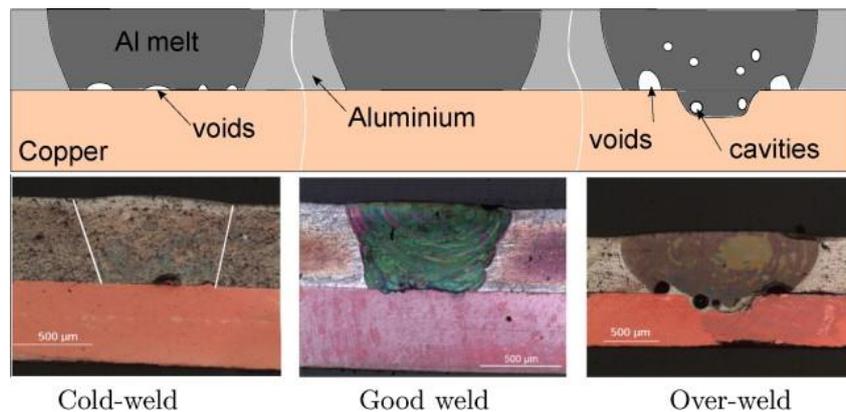
Ils ont étudié les effets du vieillissement thermique sur la croissance du composé intermétallique (figures 1.9-1.10) des interconnexions Al-Cu brasées au laser [12].



**Figure 1. 9:** Schémas de la formation de composés intermétalliques lors du brasage laser et du vieillissement thermique (à 500 °C) [12].

L'essentiel de leurs travaux sur les assemblages Al/Cu a été porté sur :

- L'effet des composés intermétalliques sur la résistance électrique de contact d'un joint aluminium-cuivre,
- La corrélation entre les propriétés mécaniques et électriques du joint
- L'impact de la disposition du cordon de soudure sur la résistance électrique de contact.

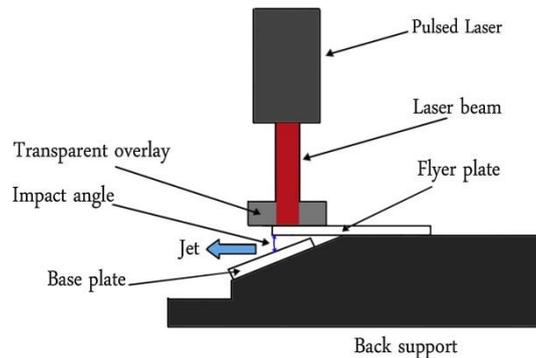


**Figure 1. 10:** Structures des soudures obtenue par soudage Laser [13].

Zuo et al. [14] ont étudié le soudage laser continu de L'aluminium (1060) et le cuivre pur (T2). Leur étude avait de but de caractériser les différentes zones dans les couches de transition des joints de chevauchement en fonction de la structure métallurgique, de la distribution de la composition, de l'épaisseur et de leur relation avec la résistance au cisaillement. La morphologie de la fracture a également été étudiée pour déterminer quelle zone avait une influence néfaste sur les propriétés mécaniques.

Le travail de Wang [15] décrit une technique avancée pour le soudage des métaux et la production de composites, à savoir le soudage par choc laser (figure 1.11). Une série

d'expériences de soudage par choc laser a été menée pour vérifier la capacité de soudage des plaques aluminium/aluminium et aluminium/cuivre



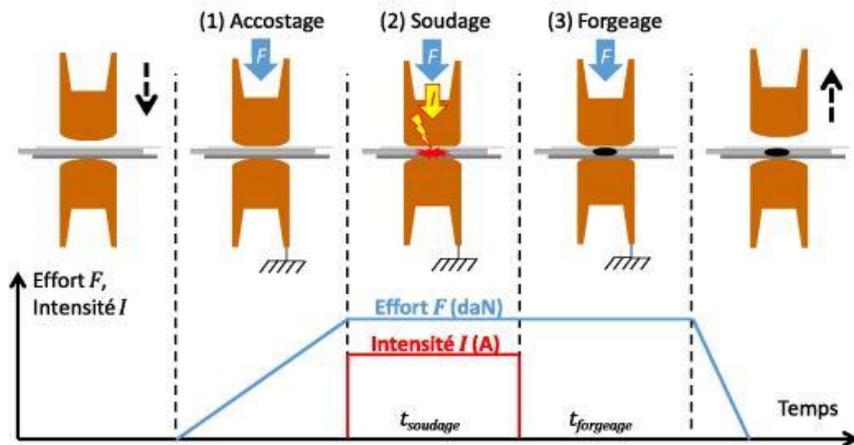
**Figure 1. 11:** Le mécanisme du soudage par choc laser [15].

L'étude a montré que le soudage par choc laser est une méthode réalisable pour souder des métaux de petite taille avec un angle d'impact et une énergie appropriés. Il peut être appliqué pour souder des matériaux similaires et différents. Les observations métallographiques montrent que l'interface pour les couples de métaux dissemblables (Al/Cu) est presque plate et les ondes sont plus symétriques.

Le micro-soudage laser des liaisons directes cuivre-aluminium conduit typiquement à la formation de phases intermétalliques et à une fragilisation des joints métalliques. Grâce à des métaux intermédiaires adaptés, il est possible de réduire les phases fragiles et améliorer la ductilité de ces liaisons [16].

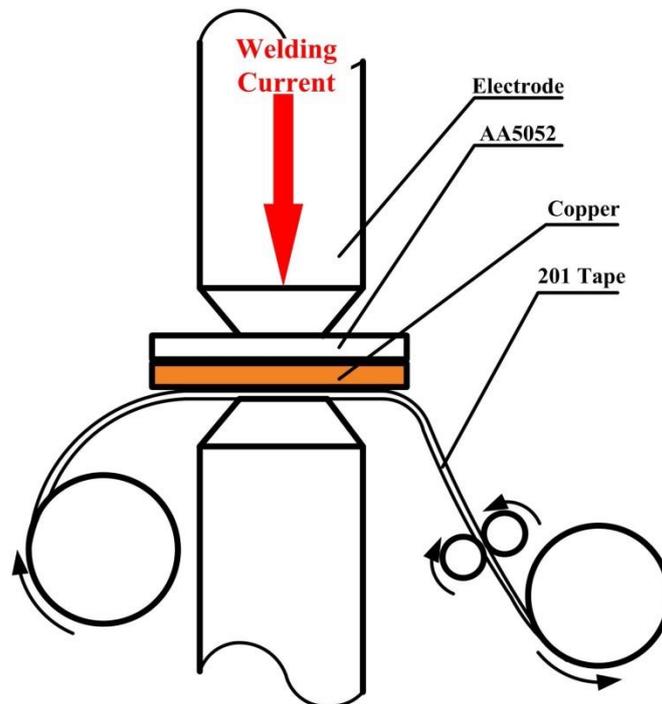
#### **I.3.1.4. Soudage par Résistance**

Lors d'une opération de soudage par résistance par point (Resistance Spot Welding – RSW), les tôles à assembler sont soumises à un effort entre deux électrodes et sont traversées par un fort courant électrique pendant quelques dixièmes de seconde. L'effet Joule créé dans les tôles et aux interfaces est suffisant pour atteindre les températures de fusions des matériaux à assembler. S'en suit la formation d'un noyau de métal fondu commun aux tôles de l'assemblage lequel, une fois solidifié, assure la tenue mécanique de l'ensemble (figure 1.12).



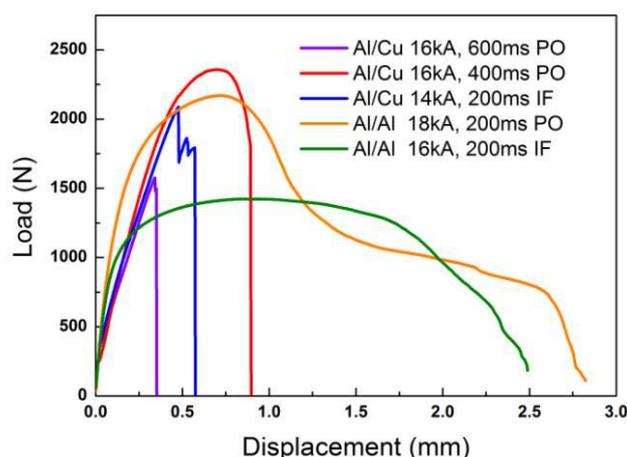
**Figure 1. 12:** Schéma de principe du soudage par point [17].

Une étude paramétrique a été utilisée pour étudier la faisabilité d'un assemblage Al/Cu dissemblable par un procédé de soudage par points par résistance thermo-compensée (figure1.13) [18]. L'étude décrit les effets des paramètres de soudage sur la microstructure et les propriétés mécaniques du joint.



**Figure 1. 13:** Schéma du procédé thermo-compensé Al/Cu RSW [18].

Comparés aux résultats trouvés dans une étude antérieure sur l'alliage d'aluminium RSW, les joints de soudure par points thermo-compensés Al/Cu présentent des charges de pointe comparables à celles des joints RSW Al/Al (figure 1.14). Cependant, la ductilité des joints Al/Cu est détériorée par la présence des IMCs.



**Figure 1. 14:** Courbes typiques charge-déplacement des joints Al/Cu et Al/Al [18].

Les techniques de soudage par fusion présentent de nombreux inconvénients. Le processus exige que les métaux à assembler soient chauffés à leurs températures de fusion ; puis laissés se solidifier pour former la jonction, qui se traduit souvent par la formation excessive de phases intermétalliques dont la plupart sont dures et fragiles, et sont donc préjudiciables à la résistance mécanique et à la ductilité du joint [19]. En plus, le soudage conventionnel par fusion nécessite parfois l'utilisation d'un matériau de remplissage, tel qu'une électrode consommable ou une bobine de fil et un gaz de protection.

Les procédés de soudage par fusion ne sont pas facilement utilisés pour souder l'aluminium au cuivre, car les deux matériaux sont incompatibles (composition chimique, les températures de fusion, la conductivité thermique et le coefficient d'expansion). Cependant, ils peuvent être soudés par des procédés à l'état solide dans lesquels la température de fusion la plus basse des deux métaux de base à souder n'est pas atteinte.

### I.3.2. Soudage a l'état solide

Les procédés de soudage en phase solide ont été développés après ceux passant par une phase liquide. Un exemple bien connu est le soudage par forgeage qui était utilisé dans la fabrication d'armes déjà dans les temps très reculés [5]. Dans ce qui suit, une synthèse des procédés de soudage à l'état solide les plus utilisés est donnée.

#### I.3.2.1. Soudage par friction malaxage

Le soudage par friction malaxage (FSW) consiste à pousser un outil de filage rotatif non consommable à travers une interface de contact. La chaleur de frottement et la viscosité générée par l'outil ramollit suffisamment la zone de soudure pour que le matériau puisse être agité et mélangé (figure 1.15).

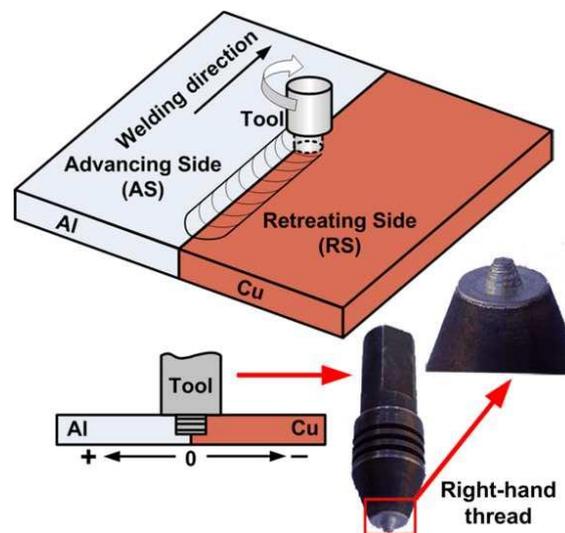


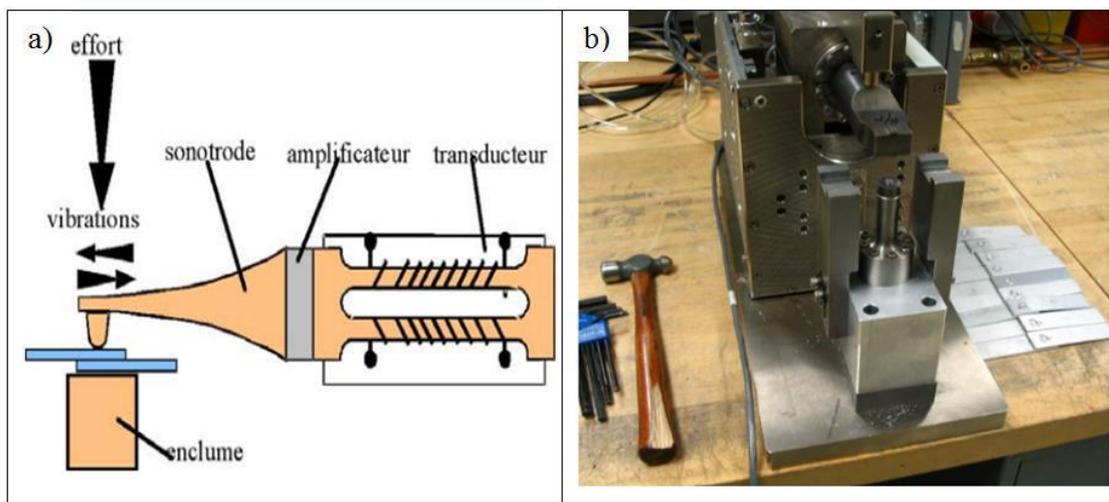
Figure 1. 15: Schéma de principe du soudage FSW [20].

Les premiers efforts de développement du FSW se sont concentrés sur le soudage des alliages d'aluminium et de magnésium, car ces alliages sont généralement plus difficiles à souder par les procédés de fusion conventionnels. Aujourd'hui, de nombreuses applications de la technologie FSW sont utilisées dans une variété d'industries allant de l'aérospatiale à l'automobile [21], [22]. Depuis les premiers travaux effectués sur les alliages d'aluminium, le soudage par FSW d'autres matériaux tels que le titane, l'acier inoxydable, l'acier au carbone, le laiton et le cuivre a été réalisé avec succès [22], [23] et certaines applications industrielles de ces matériaux font leur apparition [22]. Certaines des recherches les plus récentes en matière

de soudage par FSW portent sur le soudage de matériaux dissemblables tels que l'aluminium à l'acier, le titane à l'acier inoxydable et l'aluminium au cuivre [20], [24]–[29].

### 1.3.2.2. Soudage par ultrason

Il s'agit d'un procédé de soudage à froid en phase solide où les atomes des surfaces à assembler se combinent entre eux sous l'effet de forces d'attraction interatomiques induites par les vibrations ultrasonores. Le procédé et ces éléments importants sont schématisés sur la figure 1.16. Ce procédé permet l'assemblage homogène et hétérogène des métaux de faibles épaisseurs ainsi que celui des matières plastique [30].



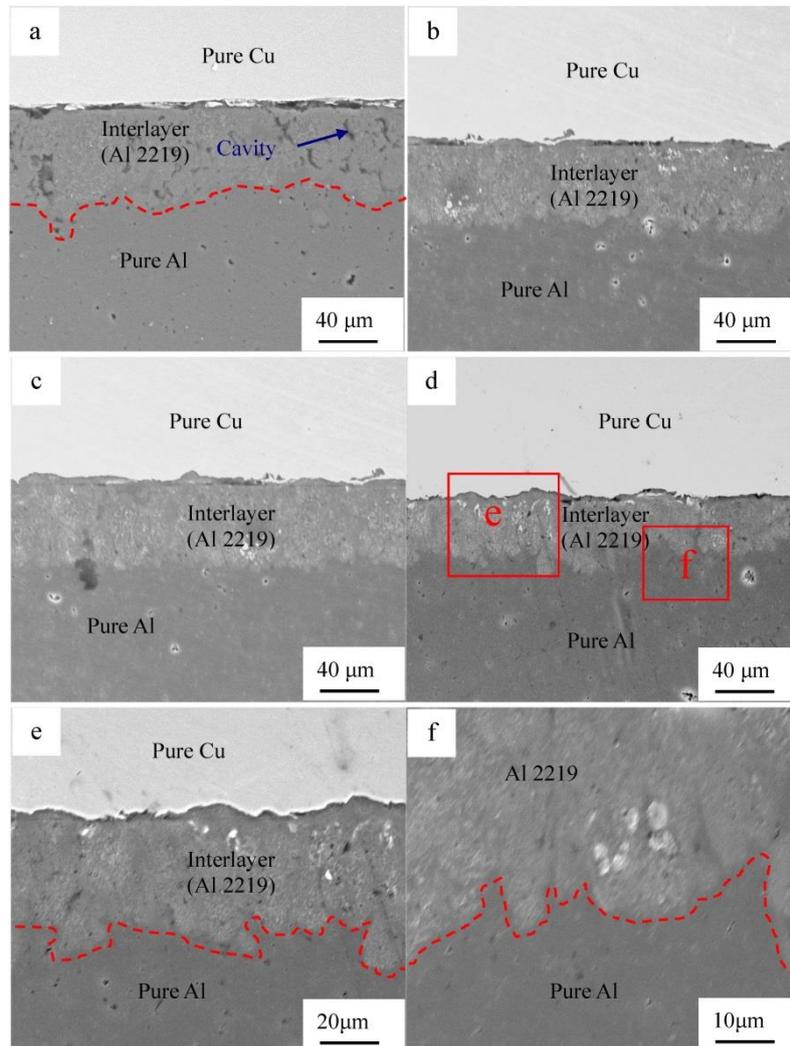
**Figure 1. 16:** Soudage par ultrasons :a) schéma du procédé b) machine de soudage [31].

Le but d'étude de Satpathy [32] est d'améliorer la soudabilité des métaux dissimilaires Al-Cu par la variation de différentes conditions de surface. En outre, les effets des conditions de soudage sur l'adhérence et l'évolution microstructurale de l'interface du joint sont également étudiés.

Balasundaram et al. [33] ont réalisé des jonctions Al-Cu avec et sans intercalaire de zinc (Zn) pour étudier les propriétés microstructurales et mécaniques des joints de soudure afin d'analyser l'effet de l'intercalaire de Zn.

Par contre, l'objectif des études de Ni et al. [34], [35] est d'améliorer les performances des joints USWed Al/Cu en ajoutant une couche intermédiaire de particules Al 2219 entre les métaux de bases, d'évaluer la microstructure (figure 1.17) et les propriétés mécaniques des

joints USWed Al/Cu fabriqués avec différentes énergies de soudage, puis identifier les paramètres USW avec une résistance optimale du joint.

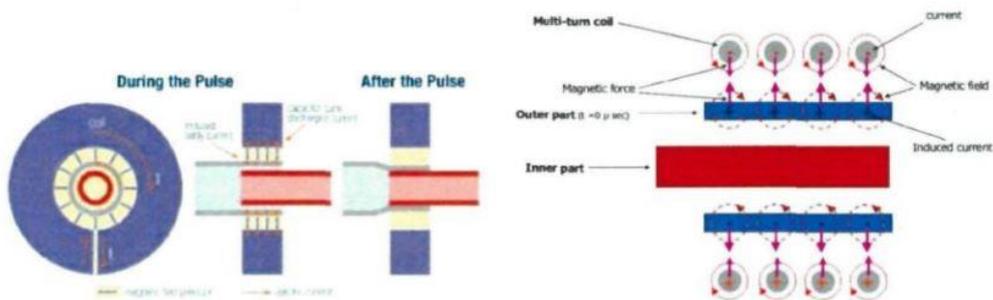


**Figure 1. 17:** Images SEM agrandies de coupes transversales de joints USWed Al / Cu avec une couche intermédiaire Al2219 placée entre les surfaces de contact (a) 600 J; (b) 900 J; (c) 1200 J; (d) 1500J ; (e) et (f) montrent l’agrandissement des zones cadrées en (d)

### I.3.2.3. Soudage par impulsion magnétique

La figure 1.18 présente le principe de l'impulsion magnétique appliquée au soudage par superposition de deux tubes concentriques. Le courant variable de la décharge crée un champ magnétique variable  $B$  à l'intérieur de la bobine et c'est la variation de ce champ magnétique  $B$  qui est à l'origine du processus de soudage, puisque cette variation induit un courant s'opposant à la cause de son origine dans le tube extérieur qui est conducteur. Ce courant induit génère une force volumique ou force de Lorentz dans le tube. Ces forces sollicitent mécaniquement le tube et le propulsent sur le tube intérieur (figure 1.19). La vitesse, et donc

la force de l'impact, en plus d'autres facteurs vus ultérieurement permettent que le soudage ait lieu. Il s'agit donc bien d'une impulsion d'origine magnétique [36].

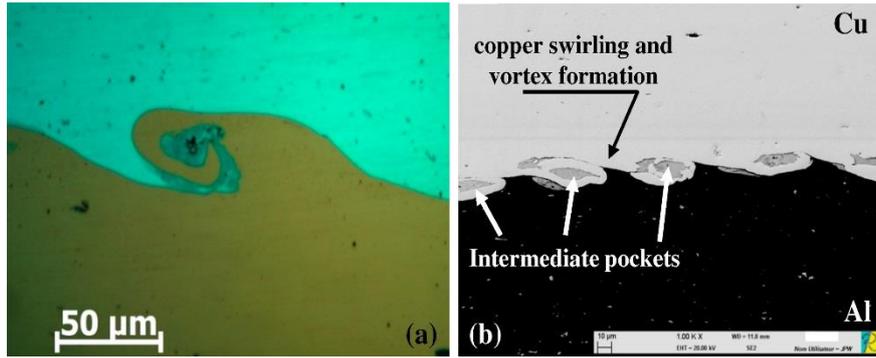


**Figure 1. 18:** Principe électro-magnéto-mécanique de la machine MPS [36].

**Figure 1. 19:** Déplacement du tube, extérieur sous l'impulsion du champ magnétique régnant dans la bobine [36].

[Raoelison](#) et al. [37] ont établi une étude comparative entre les paires soudées par impulsions magnétiques Al/Al et Al/Cu. Ils ont constaté que l'association Al/Cu réduit significativement sa soudabilité en raison des phénomènes suivants :

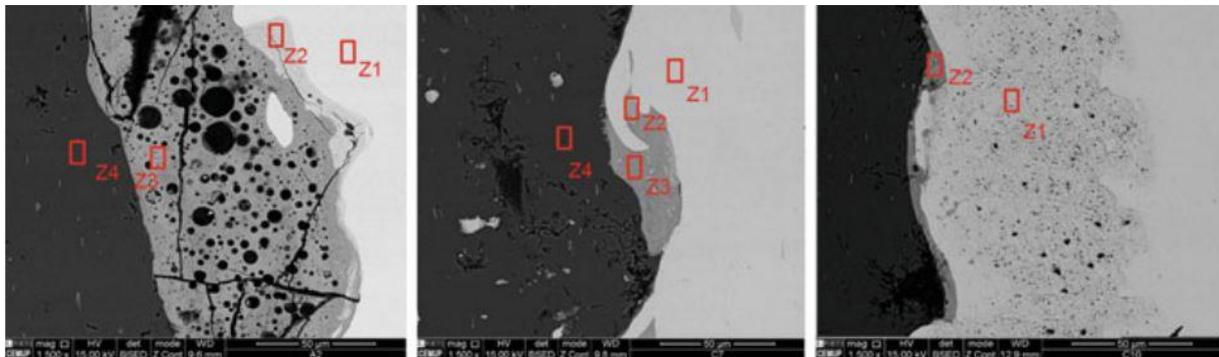
- (1) formation d'un tourbillon interfacial (figure 1.20) favorisant les microfissures.
- (2) une rupture d'interface par fragmentation ou propagation de macrofissures le long de l'interface.



**Figure 1. 20:** Développement typique de vortex pour une interface Al/Cu,(b) La formation en spirale du flux de cuivre [37].

Le travail préliminaire de Marya [38] a démontré que l'aluminium et le cuivre pouvaient être soudés par impulsion électromagnétique. L'interface de soudure était ondulée et donc adaptée à un emboîtement mécanique.

La contribution de Oliveira [39] est une tentative de clarifier l'influence des paramètres de processus sur la résistance des joints et la morphologie de l'interface pour les paires Al-Cu (figure 1.21).



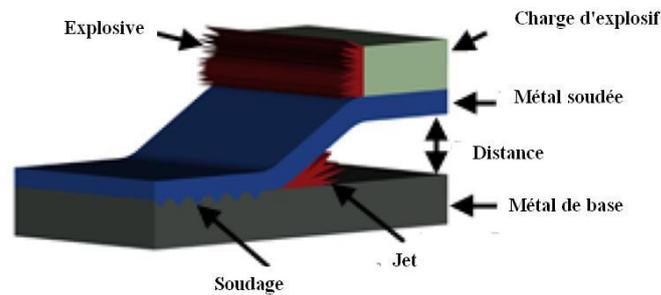
**Figure 1. 21:** microstructures MEB de l'interface Al-Cu soudé par MPW [39].

Des soudures réussies peuvent être réalisées par MPW avec la combinaison de différents paramètres de processus. La résistance des soudures Al/Cu a été étudiée par des essais de compression.

#### **1.3.2.4. Soudage par explosion**

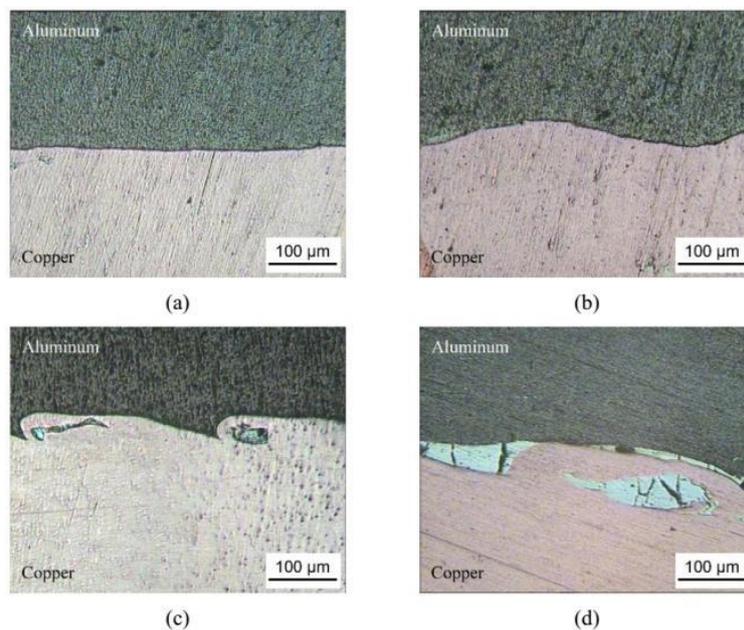
Le soudage par explosion (figure 1.22) est une méthode de soudage spéciale pour raccorder deux types de métaux différents avec une explosion contrôlée. Cette explosion génère une

grande pression entre les plaques métalliques. Les métaux fusionnent alors au niveau atomique [40].



**Figure 1. 22:** Schéma du procédé de soudage par explosion [40].

Dans le travail de Hoseini Athar [41], les critères de soudabilité qui doivent être respectés pour obtenir de bonnes soudures ont été calculés pour les joints aluminium-cuivre. Différentes morphologies de l'interface de soudage (droite, ondulée et couche fondue) ont été obtenues en changeant les paramètres de soudage (figure 1.23).

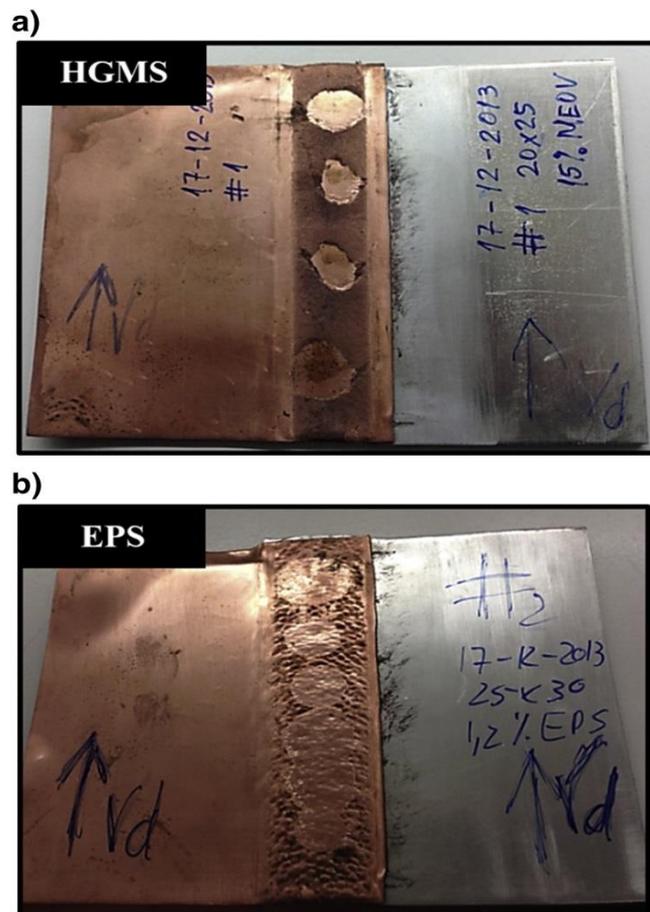


**Figure 1. 23:** Morphologie de l'interface Al-Cu pour différents rapports d'explosivité : (a) R=1, (b) R=1.4 , (c) R=1.6 and (d) R=2.2

Les résultats des essais de traction-cisaillement indiquent que la résistance (ou l'adhérence) des joints soudés augmente avec le taux d'explosivité. Cependant, la résistance au cisaillement diminue lorsque le rapport d'explosivité dépasse R=2,2 en raison de la formation

d'intermétalliques fragiles à l'interface. Ces connaissances peuvent être utilisées pour établir une relation entre la microstructure et les propriétés dans le processus de fabrication.

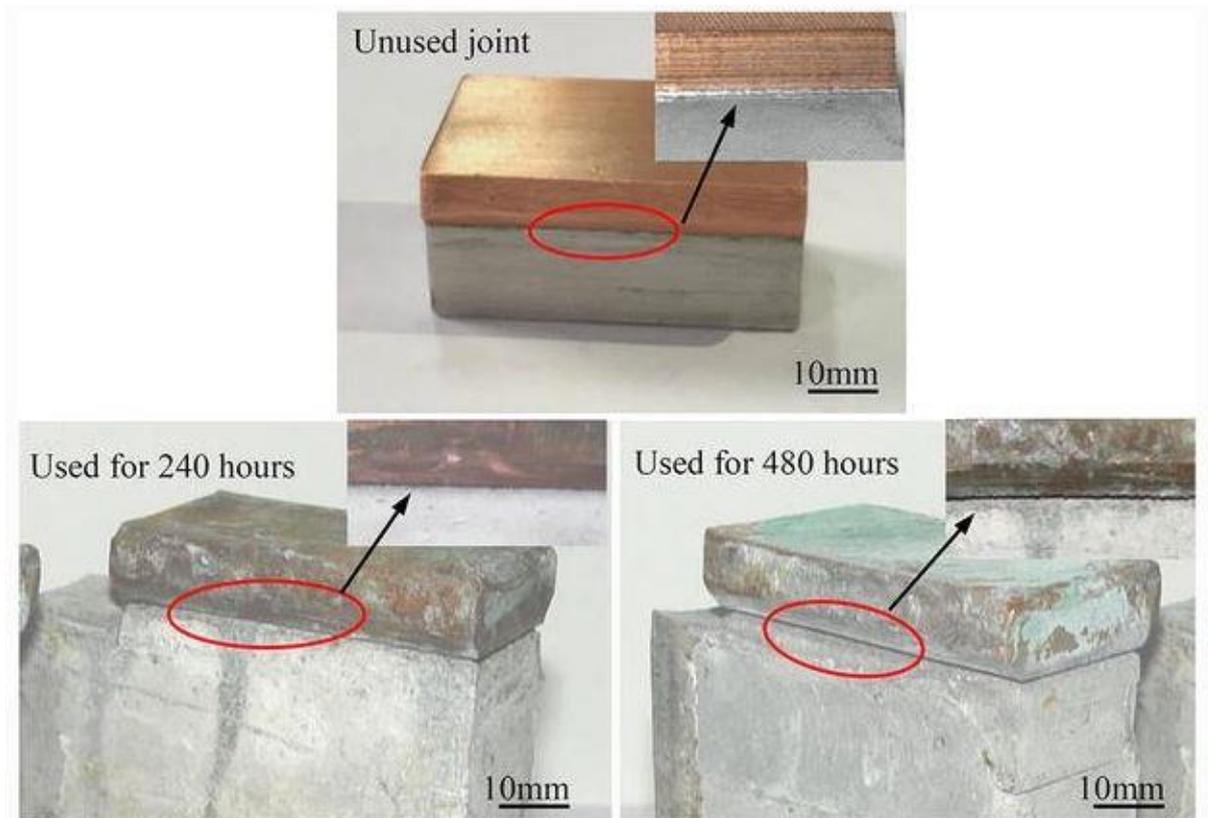
Loureiro et al. [42] ont étudié l'influence du taux d'explosivité et du type de sensibilisateur sur la qualité des soudures explosives entre des plaques en alliage de cuivre et d'aluminium. Les soudures ont été réalisées selon une configuration de joints partiellement superposés à l'aide d'un explosif à émulsion (EE) avec deux sensibilisateurs différents, des microsphères de verre creuses (HGMS) (figure 1.24.(a)) et des sphères de polystyrène expansé (EPS) (figure 1.24.(b)). Des soudures avec une surface améliorée ont été obtenues en utilisant le sensibilisateur HGMS.



**Figure 1. 24:** Morphologie de la surface soudée avec des sensibilisateurs de type: a) HGMS ; b) EPS [42].

Les soudures présentent une excellente résistance à la traction et au cisaillement, ce qui les rend aptes à transférer des charges de traction.

Dans l'étude de Yanniwei et al. [43], l'évolution de la microstructure et l'analyse des défaillances de l'interface aluminium-cuivre des têtes conductrices cathodiques (figure 1.25) produite par soudage explosif lors de leur utilisation ont été étudiées.



**Figure 1. 25:** Les morphologies macroscopiques de la tête conductrice cathodique inutilisées et utilisées à des moments différents [43].

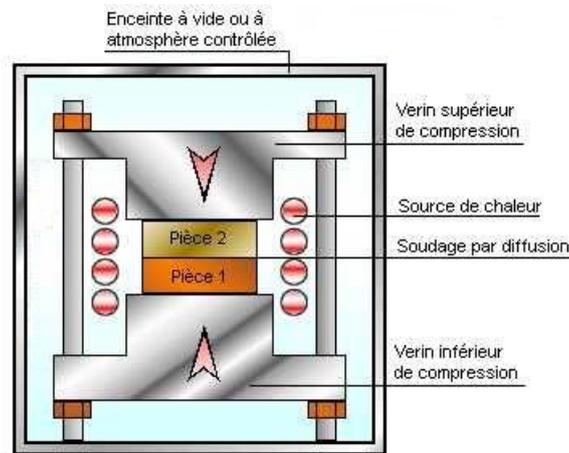
La défaillance de la tête conductrice de la cathode aluminium-cuivre est attribuée à la détérioration de la microstructure et à la corrosion sur le bord de la surface de contact.

#### **I.3.2.5. Soudage par diffusion**

Le procédé de soudage par diffusion (Diffusion Bonding (DB)), une variante des procédés de soudage en phase solide, est utilisé lorsque la zone de réaction ne contient pas d'interface à la fin du procédé et les propriétés du joint sont les plus proches possible de celles du matériau de base.

Le processus de soudage par diffusion (figure 1.26) consiste à mettre en contact deux matériaux par application d'une force fixe ou variable à une température fixe en dessous du point de fusion sans déformation macroscopique ni mouvement des deux pièces à souder. La

température d'assemblage ne dépasse jamais la température de fusion du matériau le plus fusible et est généralement comprise entre 0,7 à 0,8  $T_f$  [44].



**Figure 1. 26:** Schéma de principe du soudage par diffusion [45].

Les travaux portés sur le soudage par diffusion des joints Al-Cu sont détaillés dans le chapitre suivant (section II.2)

#### **I.4. Avantages et inconvénients du soudage par diffusion**

Le soudage diffusion présente plusieurs avantages par rapport aux procédés de soudage conventionnels comme le brasage ou le soudage par fusion[46]–[49] :

- L'absence de discontinuités microstructurales liées à une zone fondue (ou affectée thermiquement). De plus, la structure est chauffée dans son ensemble ce qui limite les problèmes liés aux gradients thermiques (contraintes résiduelles, retraits...);
- L'assemblage de structures complexes comme les échangeurs de chaleurs : soudage de grandes interfaces inaccessibles, faibles épaisseurs de matières disponibles ;
- L'assemblage de matériaux difficiles à souder par d'autres méthodes (céramique/métal, superalliages ODS...).
- Un soudage possible sur de grandes surfaces, permettant généralement d'obtenir une bonne tenue mécanique des interfaces par rapport à un soudage local.
- Il peut produire des soudures dans lesquelles il n'y a pas de porosité ou de discontinuité à travers l'interface. En conséquence, les soudures ont une durée de vie, une qualité et une fiabilité accrues.
- Les joints conservent les mêmes propriétés mécaniques et physiques que les matériaux de base en sélectionnant les variables appropriées du processus de soudage.

- La déformation du composant est maintenue à un niveau minimal, mais parfois, un léger usinage est nécessaire.
- Elle ne nécessite pas d'électrodes, de soudures, de fils de qualité spéciale ni de fondants.
- Le produit final ne prend pas de poids comme c'est le cas pour les composants soudés ou brasés.

En revanche, de par son coût, le développement du procédé à l'échelle industrielle est lent et des inconvénients subsistent[46]–[48] :

- Un vieillissement thermique de toute la structure lors des cycles de longues durées (augmentation irréversible de la taille de grain pour les aciers austénitiques, apparition de phases non souhaitées...);
- Un contrôle important de la qualité des états de surface. La pollution par des poussières ou des oxydes est néfaste pour la tenue mécanique [50]. Des traitements chimiques et mécaniques de la surface sont parfois requis préalablement afin d'assurer un état de surface optimal pour le soudage-diffusion.
- Le coût d'investissement augmente avec la taille du composant car une plus grande taille de la chambre à vide est nécessaire.

## **II.5. Applications du soudage par diffusion**

Bien que le soudage par diffusion soit une méthode de soudage spéciale, ses applications potentielles ne doivent pas être sous-estimées par les autres technologies de soudage. Il est principalement utilisé dans les applications suivantes [51], [52] :

- Dans les industries aérospatiale, nucléaire et électronique.
- Pour la fabrication de nids d'abeille, de moteurs de fusées, de composants de turbines, éléments structurels, composites et stratifiés.
- Il est développé à des fins commerciales pour la création d'échangeurs de chaleur compacts à haute performance.
- Dans le domaine de la micro-électronique pour le collage de dissipateurs thermiques de dispositifs de puissance.
- Dans l'industrie des capteurs, il est utilisé pour la fabrication de capteurs d'analyse de l'oxygène utilisés pour surveiller les concentrations d'oxygène dans l'atmosphère des usines de traitement métallurgique.

## Références Bibliographiques

- [1] T. C. Marius, “Maîtrise des interfaces hétérogènes lors d’une opération de soudo-brasage : application au couple aluminium – magnésium,” Université de Bourgogne, 2012.
- [2] T. B. Massalski Murray, Joanne L., Bennett, L. H., Baker, Hugh., *Binary alloy phase diagrams*. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 1986.
- [3] M. M. Hoseini-Athar and B. Tolaminejad, “Interface morphology and mechanical properties of Al-Cu-Al laminated composites fabricated by explosive welding and subsequent rolling process,” *Met. Mater. Int.*, vol. 22, no. 4, pp. 670–680, 2016, doi: 10.1007/s12540-016-5687-4.
- [4] M. Koberna and J. Fiala, “Intermetallic phases in cold-welded Al□Cu joints,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 159, no. 2, pp. 231–236, 1992, doi: [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(92\)90293-A](https://doi.org/10.1016/0921-5093(92)90293-A).
- [5] Y. Helal, “L’effet de soudage par friction sur la microstructure et les propriétés mécaniques d’un joint soudé composé d’un alliage d’aluminium industriel et un acier,” , Thèse de Doctorat, Université Mohamed Khider – Biskra, 2017.
- [6] M. Stadler, “Etude expérimentale du mouvement hydrodynamique d’un bain métallique et de sa production de vapeurs sur une configuration de soudage TIG,” 2016, [Online]. Available: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01386578>.
- [7] Tanmay and S. S. Panda, “Characterisation of Cu–Al alloy lap joint using TIG Welding,” *CIRP J. Manuf. Sci. Technol.*, vol. 35, pp. 454–459, 2021, doi: 10.1016/j.cirpj.2021.07.009.
- [8] K. Weman, “12 - Other methods of welding,” in *Welding Processes Handbook (Second Edition)*, Second Edi., K. Weman, Ed. Woodhead Publishing, 2012, pp. 133–142.
- [9] C. Otten, U. Reisgen, and M. Schmachtenberg, “Electron beam welding of aluminum to copper: mechanical properties and their relation to microstructure,” *Weld. World*, vol. 60, no. 1, pp. 21–31, 2016, doi: 10.1007/s40194-015-0280-x.
- [10] A. Belhadj, “Contribution a l ’ étude expérimentale et numérique du soudage laser : application aux alliages de magnésium,” L’École Nationale d’Ingénieurs de Tunis, 2009.
- [11] T. Solchenbach and P. Plapper, “Mechanical characteristics of laser braze-welded aluminium-copper connections,” *Opt. Laser Technol.*, vol. 54, pp. 249–256, 2013, doi: 10.1016/j.optlastec.2013.06.003.
- [12] T. Solchenbach, P. Plapper, M. Greger, J.-L. Biagi, J. Bour, and J. A. S. Bomfim, “Thermal and electrical aging of laser braze-welded aluminum–copper interconnects,” *Transl. Mater. Res.*, vol. 1, no. 1, p. 015001, 2014, doi: 10.1088/2053-1613/1/1/015001.
- [13] T. Solchenbach, P. Plapper, and W. Cai, “Electrical performance of laser braze-welded aluminum-copper interconnects,” *J. Manuf. Process.*, vol. 16, no. 2, pp. 183–189, 2014, doi: 10.1016/j.jmapro.2013.12.002.
- [14] D. Zuo, S. Hu, J. Shen, and Z. Xue, “Intermediate layer characterization and fracture behavior of laser-welded copper/aluminum metal joints,” *Mater. Des.*, vol. 58, pp.

- 357–362, 2014, doi: 10.1016/j.matdes.2014.02.004.
- [15] X. Wang, C. Gu, Y. Zheng, Z. Shen, and H. Liu, “Laser shock welding of aluminum/aluminum and aluminum/copper plates,” *Mater. Des.*, vol. 56, pp. 26–30, 2014, doi: 10.1016/j.matdes.2013.10.091.
- [16] M. Weigl, F. Albert, and M. Schmidt, “Enhancing the ductility of laser-welde copper-aluminum connections by using adapted filler materia,” *Phys. Procedia*, vol. 12, no. PART 2, pp. 335–341, 2011, doi: 10.1016/j.phpro.2011.03.141.
- [17] E. Geslain, “Soudage par résistance des tôles fines revêtues : formation du noyau dans un assemblage de trois tôles,” Thèse de Doctorat, Université de Bretagne Sud, 2018.
- [18] Y. Zhang, Y. Li, Z. Luo, T. Yuan, J. Bi, Z. M. Wang, and Y. J. Chao, “Feasibility study of dissimilar joining of aluminum alloy 5052 to pure copper via thermo-compensated resistance spot welding,” *Mater. Des.*, vol. 106, pp. 235–246, 2016, doi: 10.1016/j.matdes.2016.05.117.
- [19] D. L. Olson, T. A. Siewert, S. Liu, and G. R. Edwards, *Welding, Brazing, and Soldering*. ASM International, 1993.
- [20] C. W. Tan, Z. G. Jiang, L. Q. Li, Y. B. Chen, and X. Y. Chen, “Microstructural evolution and mechanical properties of dissimilar Al-Cu joints produced by friction stir welding,” *Mater. Des.*, vol. 51, pp. 466–473, 2013, doi: 10.1016/j.matdes.2013.04.056.
- [21] C. W. S. Kallee, J. Kell, W. Thomas, “‘Development and Implementation of Innovative Joining Processes in the Automotive Industry’,” 2005.
- [22] W. Arbegast, *Friction Stir Welding After a Decade of Development*. Welding Journal, 2006.
- [23] Y. Uematsu, T. Kakiuchi, E. Kondoh, Y. Tozaki, And I. Ibrahim, “Fatigue behavior of dissimilar A6061/rolled steel (SS400) friction stir welds,” *Q. J. Japan Weld. Soc.*, vol. 31, no. 2, pp. 112–118, 2013, doi: 10.2207/qjws.31.112.
- [24] P. Xue, B. L. Xiao, D. R. Ni, and Z. Y. Ma, “Enhanced mechanical properties of friction stir welded dissimilar Al–Cu joint by intermetallic compounds,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 21–22, pp. 5723–5727, 2010, doi: 10.1016/j.msea.2010.05.061.
- [25] P. Xue, D. R. Ni, D. Wang, B. L. Xiao, and Z. Y. Ma, “Effect of friction stir welding parameters on the microstructure and mechanical properties of the dissimilar Al-Cu joints,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 528, no. 13–14, pp. 4683–4689, 2011, doi: 10.1016/j.msea.2011.02.067.
- [26] R. Beygi, M. Kazeminezhad, and A. H. Kokabi, “Butt joining of Al-Cu bilayer sheet through friction stir welding,” *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.)*, vol. 22, no. 12, pp. 2925–2929, 2012, doi: 10.1016/S1003-6326(11)61555-0.
- [27] K. P. Mehta and V. J. Badheka, “Effects of tilt angle on the properties of dissimilar friction stir welding copper to aluminum,” *Mater. Manuf. Process.*, vol. 31, no. 3, pp. 255–263, 2016, doi: 10.1080/10426914.2014.994754.
- [28] B. Chen *et al.*, “Friction stir welding of small-dimension Al3003 and pure Cu pipes,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 223, pp. 48–57, 2015, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2015.03.044.
- [29] V. C. Sinha, S. Kundu, and S. Chatterjee, “Microstructure and mechanical properties of

- similar and dissimilar joints of aluminium alloy and pure copper by friction stir welding,” *Perspect. Sci.*, vol. 8, pp. 543–546, 2016, doi: 10.1016/j.pisc.2016.06.015.
- [30] M. Duc Ha, “Couplage thermomécanique lors de la soudure par ultrasons : application pour les thermoplastiques,” 2009.
- [31] M. Vlad, “Ultrasonic welding of aluminum: a practical study in consistency, part marking and control modes,” Thèse de Doctorat, IOWA State University, 2007.
- [32] M. P. Satpathy and S. K. Sahoo, “Microstructural and mechanical performance of ultrasonic spot welded Al-Cu joints for various surface conditions,” *J. Manuf. Process.*, vol. 22, pp. 108–114, 2016, doi: 10.1016/j.jmapro.2016.03.002.
- [33] R. Balasundaram, V. K. Patel, S. D. Bhole, and D. L. Chen, “Effect of zinc interlayer on ultrasonic spot welded aluminum-to-copper joints,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 607, pp. 277–286, 2014, doi: 10.1016/j.msea.2014.03.135.
- [34] Z. Ni, H. Zhao, P. Mi, and F. Ye, “Microstructure and mechanical performances of ultrasonic spot welded Al/Cu joints with Al 2219 alloy particle interlayer,” *Mater. Des.*, vol. 92, pp. 779–786, 2016, doi: 10.1016/j.matdes.2015.12.132.
- [35] Z. L. Ni and F. X. Ye, “Weldability and mechanical properties of ultrasonic joining of aluminum to copper alloy with an interlayer,” *Mater. Lett.*, vol. 182, pp. 19–22, 2016, doi: 10.1016/j.matlet.2016.06.071.
- [36] A. Guglielmetti, “Etude numérique du soudage par impulsion magnétique,” Thèse de Doctorat, Université De Technologie De Compiègne Université Du Québec A Chicoutimi, 2012.
- [37] R. N. Raoelison, T. Sapanathan, N. Buiron, and M. Rachik, “Magnetic pulse welding of Al/Al and Al/Cu metal pairs: Consequences of the dissimilar combination on the interfacial behavior during the welding process,” *J. Manuf. Process.*, vol. 20, pp. 112–127, 2015, doi: 10.1016/j.jmapro.2015.09.003.
- [38] M. Marya and S. Marya, “Interfacial microstructures and temperatures in aluminium-copper electromagnetic pulse welds,” *Sci. Technol. Weld. Join.*, vol. 9, no. 6, pp. 541–547, 2004, doi: 10.1179/174329304X8685.
- [39] I. V. Oliveira, A. J. Cavaleiro, G. A. Taber, and A. Reis, “Magnetic pulse welding of dissimilar materials: Aluminum-copper,” *Adv. Struct. Mater.*, vol. 65, pp. 419–431, 2017, doi: 10.1007/978-3-319-50784-2\_31.
- [40] “autres-méthodes-de-soudage,” *l-abc-du-soudage*. <https://www.kemppi.com/fr-FR/assistance/l-abc-du-soudage/autres-méthodes-de-soudage/>.
- [41] M. M. Hoseini Athar and B. Tolaminejad, “Weldability window and the effect of interface morphology on the properties of Al/Cu/Al laminated composites fabricated by explosive welding,” *Mater. Des.*, vol. 86, pp. 516–525, 2015, doi: 10.1016/j.matdes.2015.07.114.
- [42] A. Loureiro, R. Mendes, J. B. Ribeiro, R. M. Leal, and I. Galvão, “Effect of explosive mixture on quality of explosive welds of copper to aluminium,” *Mater. Des.*, vol. 95, pp. 256–267, 2016, doi: 10.1016/j.matdes.2016.01.116.
- [43] Y. Wei, Y. Luo, H. Qu, J. Zou, and S. Liang, “Microstructure Evolution and Failure Analysis of an Aluminum–Copper Cathode Conductive Head Produced by Explosive

- Welding,” *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 26, no. 12, pp. 6158–6166, 2017, doi: 10.1007/s11665-017-3055-2.
- [44] D. Aboudi, “Soudage diffusion par interposition d ’ éléments métalliques,” Thèse de Doctorat, Université Des Sciences Et De La Technologie Houari Boumediene-USTHB, 2017.
- [45] Dominique, “qu’est ce que le soudage par diffusion,” 2012. <https://www.soudeurs.com/>.
- [46] V. Tsakiris, M. Lucaci, L. Leonat, and G. Alecu, “Materials Bonding by diffusion welding technology,” In *Int Conf Innov Technol Joining Adv Mater*, Vol. 1, pp. 134–139, 2007.
- [47] F. C. Campbell, *Joining: understanding the basics*. ASM International, 2011.
- [48] W. H. Kearns, “Resistance and Solid-State Welding and Other Joining Processes,” in *Welding Handbook*, Macmillan, Ed. United Kindom : American Welding Society, 1980.
- [49] N. F. Kazakov, “3 - Principal Bonding Variables and Recommended. Procedures for Diffusion Bonding in Vacuum,” in *Diffusion Bonding of Materials*, N. F. Kazakov, Ed. Pergamon, 1985, pp. 49–70.
- [50] V. Rougier, “Microstructure et endommagement d’une liaison bimétallique élaborée par soudage-diffusion,” thèse de Doctorat, ENMP Paris, 2000.
- [51] C. G. A. O’Brien, “Welding Processes,” in *Welding Handbook*, American W., Miami, 1980.
- [52] D. J. Stephenson, *Diffusion bonding 2*. Springer Science & Business Media, 2012.

# **Chapitre II**

## **Soudage par diffusion à l'état solide de l'Aluminium/Cuivre**

## **Chapitre II : Soudage par diffusion à l'état solide de l'Aluminium/Cuivre**

Nous avons essayé dans le chapitre précédent de proposer une présentation succincte des différents types de soudage (par fusion ou à l'état solide) en nous intéressant plus particulièrement au soudage hétérogène Al/Cu. Dans le présent chapitre, nous nous étalerons avec plus de détails sur le soudage par diffusion de l'assemblage Al/Cu. On se focalisera principalement sur les changements microstructuraux induits lors du soudage tout en dressant un état d'art détaillé des différents travaux ayant traité ce type d'assemblage.

### **II.1. Principe et paramètres de soudage par diffusion**

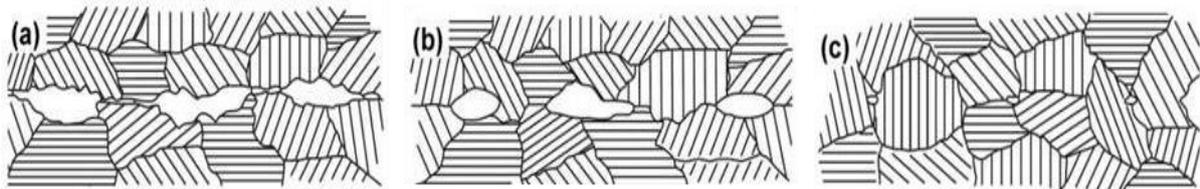
#### **II.1.1 Généralités**

Le procédé de soudage par diffusion est une technique de soudage en phase solide étudiée depuis le début des années 1960. C'est un procédé d'assemblage qui a l'avantage, de par les mécanismes physiques mis en jeu, de ne pas présenter de fusion locale, et peut donc surmonter certaines problématiques liées à la présence d'une zone fondue (ZF) ou affectée thermiquement (ZAT), inhérente à d'autres techniques de soudage plus classiques (soudage à l'arc, brasage, soudage par friction linéaire...). Cette technique permet en outre l'obtention de joints homogènes ou hétérogènes, sur des grandes surfaces et avec des orientations de joint quelconques, particulièrement résistants, y compris avec des matériaux réputés insoudables entre eux (aciers et alliages de Cu, Ti, Zr...). Ce résultat est obtenu grâce à l'effet conjugué de la pression isostatique et de la température. La possibilité d'appliquer une forte pression et ainsi de réduire la température de soudage, garantit l'obtention d'une microstructure fine et l'absence de déformation massive. Une bonne homogénéité microstructurale est obtenue puisque c'est l'ensemble de la pièce qui est traité thermiquement.

En raison de la lourdeur du processus et du coût très élevé, cette technique de soudage n'est utilisée que pour les pièces à forte valeur ajoutée. Aujourd'hui, il est fréquemment utilisé dans les applications pétrolières, la construction aérospatiale et, plus récemment, dans le domaine nucléaire. À titre d'exemple dans l'industrie nucléaire, la technologie a fait ses preuves pour fabriquer des pièces assemblées du support de blindage [1] et de la première paroi [2] pour le réacteur ITER (Réacteur expérimental thermonucléaire international).

## II.1.2. Présentation du procédé de soudage par diffusion

Le soudage-diffusion est une technique de soudage en phase solide permettant d'assembler deux matériaux, différents ou identiques. L'application de pressions (typiquement  $0,2$  à  $0,9 \sigma_y$ , avec  $\sigma_y$  la limite d'élasticité la plus faible des deux matériaux) et de températures élevées ( $0,6$  à  $0,9 T_f$ , avec  $T_f$  la température de fusion la plus faible des matériaux) crée une déformation viscoplastique des aspérités de l'interface et une diffusion atomique autour des cavités formées. Ces mécanismes mènent à la disparition des pores puis à la jonction des interfaces. La figure 2.1 illustre les étapes successives de la formation d'une interface soudée-diffusée.



**Figure 2. 1:** Représentation schématique des différents stades du soudage par diffusion d'un assemblage homogène [3].

Etape 1 : La mise en contact des aspérités de surface entraîne localement une déformation plastique instantanée qui augmente la surface de contact entre les matériaux. Il en résulte un réseau de cavités connectées.

Etape 2 : Au cours du temps, les mécanismes de fluage et de diffusion diminuent la taille des cavités et les rendent sphériques. La tortuosité du réseau de cavités augmente jusqu'à créer une porosité fermée, isolant les cavités les unes des autres.

Etape 3 : Les dernières microcavités sont éliminées par diffusion et/ou fluage selon les matériaux. Les grains croissent et franchissent l'interface qui tend à disparaître.

Ce schéma doit toutefois être considéré avec précaution. En particulier, le contact entre les deux tôles présenté sur la figure 2.1(a) ne s'établit que si la planéité des surfaces est suffisante. Dans le cas contraire, des zones de non-contact peuvent subsister tant que les jeux macroscopiques n'ont pas été éliminés par la déformation du matériau. Par ailleurs, le franchissement de l'interface par les joints de grains n'est pas systématique comme présenté sur la figure 2.1(c) et dépend essentiellement de l'efficacité du nettoyage au préalable des

surfaces avant soudage. Ce procédé nécessite donc une bonne préparation de surface en termes de rugosité, de décapage et de dégraissage.

### **II.1.3. Mécanismes physiques de formation de l'interface**

Les phénomènes mis en jeu pour former une phase par réaction à l'état solide sont la germination, la réaction aux interfaces et le transport de la matière à travers la phase formée. La formation d'une nouvelle phase peut être divisée en deux étapes distinctes, la germination et la croissance. Généralement, la formation de ladite phase a lieu au niveau de l'interface par germination hétérogène. Dans le cas où la formation de la nouvelle phase est régit par la diffusion à travers l'interface, la germination peut être considérée se produisant au niveau de l'interface conduisant à une saturation des sites. Ainsi, seul le phénomène de croissance (diffusion en volume et mobilité de l'interface) est celui qui gouverne la formation de la phase.

#### **II.1.3.1. Croissance d'une seule phase**

Un couple de diffusion simple est réalisé en mettant en contact deux échantillons semi-infinis d'éléments purs A et B. l'interaction des deux éléments mène à la formation d'une structure en multicouches dans la zone de réaction, soit à l'interface A/B. Théoriquement, ces couches correspondent à toutes les phases présentes à l'équilibre à la température de l'expérience, donc données par le diagramme de phases [4].

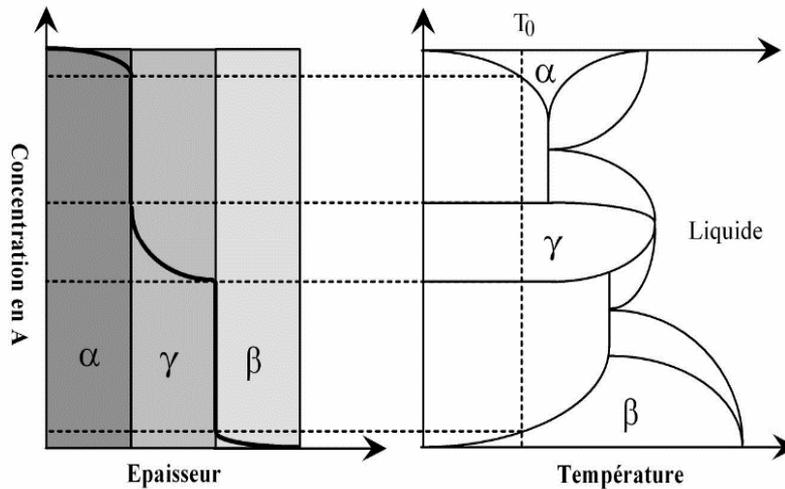
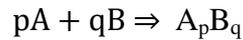
Considérons un couple de diffusion constitué de deux corps purs hors équilibre en contact A ( $\alpha$ ) et B ( $\beta$ ). Supposons qu'il n'existe qu'une seule phase intermédiaire stable  $\gamma$  à une température donnée  $T_0$ .

La figure 2.2 illustre la réaction à l'état solide de ce couple de diffusion. La partie de droite représente le diagramme de phase du système binaire AB et la partie gauche montre la variation de la concentration de l'élément A dans les différentes phases  $\alpha$  et  $\beta$  correspondent aux solutions solides A et B contenant respectivement l'élément A et B.

Prenons l'exemple d'une phase intermétallique  $A_pB_q$  ( $\gamma$ ) qui se forme à partir d'un métal pur A déposée sur un substrat B. La croissance  $A_pB_q$  nécessite trois étapes [5].

- La création d'une interface supplémentaire
- La diffusion de A (ou B) à travers  $A_pB_q$

- La réaction chimique entre A et B aux interfaces A / A<sub>p</sub>B<sub>q</sub> et ou A<sub>p</sub>B<sub>q</sub>/B qui conduit à la formation du composé intermédiaire :



**Figure 2. 2:** Profil de concentration de l'élément A (partie gauche) prédit par le diagramme de phases (partie droite) pour le couple A/B après traitement thermique à une température  $T_0$ .

Au début de la réaction, l'épaisseur de la phase A<sub>p</sub>B<sub>q</sub> est petite, l'élément A (ou B) est toujours disponibles aux deux interfaces. La croissance A<sub>p</sub>B<sub>q</sub> est donc uniquement limitée par la capacité des interfaces à former le nouveau composé. L'épaisseur  $e(t)$  de la phase A<sub>p</sub>B<sub>q</sub> augmente linéairement avec le temps selon la formule suivante :

$$e(t) = k_r t$$

Où  $K_r$  est une constante caractéristique de réaction ( $\text{cm.s}^{-1}$ ), « e » l'épaisseur de la phase (cm) et « t » le temps en (s).

Au fur et à mesure que l'épaisseur augmente, la distance que les atomes A et B ont à parcourir avant d'atteindre l'interface où a lieu la réaction est de moins en moins négligeable. La croissance d'A<sub>p</sub>B<sub>q</sub> n'est plus limitée par la réactivité interfaciale mais par le nombre d'atomes qui atteignent cette interface. L'épaisseur  $e(t)$  de la phase A<sub>p</sub>B<sub>q</sub> suit une loi en  $\sqrt{t}$  caractéristique d'un phénomène par la diffusion [6].

$$e^2(t) = k_d t$$

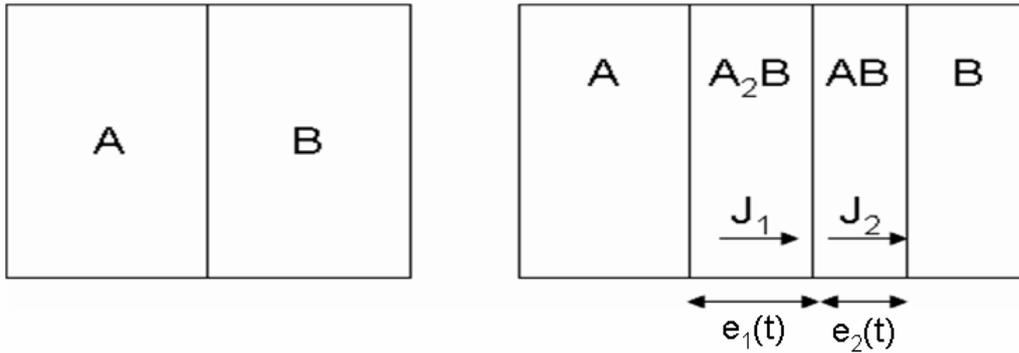
Où  $K_d$  est une constante caractéristique de diffusion ( $\text{cm.s}^{-1}$ ), «  $e$  » l'épaisseur de la phase (cm) et «  $t$  » le temps en (s).

La croissance de la phase formée suivant la normale à la surface se fait par deux processus, la diffusion d'au moins un élément à travers la couche et la réaction à l'autre interface. C'est le processus le plus lent qui sera limitant et définira la cinétique de croissance.

Au début de la réaction, la croissance est généralement limitée par la réaction à l'interface et l'épaisseur de la phase en croissance est linéaire avec le temps. Au fur et à mesure que l'épaisseur augmente, la distance que les atomes A et B ont à parcourir avant d'atteindre l'interface où a lieu la réaction est de moins en moins négligeable. La croissance de la phase n'est plus limitée par la réactivité interfaciale mais par le flux d'atomes au travers de la phase. L'épaisseur de la phase suit alors une loi en racine du temps caractéristique d'un phénomène limité par la diffusion. C'est la croissance « linéaire-parabolique ».

### **II.1.3.2. Croissance simultanée de deux phases**

Prenons maintenant le cas d'une croissance simultanée de plusieurs phases en équilibre dans un couple de diffusion AB. Dès que nous avons deux phases qui croissent simultanément, la situation se complique car la cinétique de croissance de chaque phase dépend non seulement de ses propres caractéristiques (cinétique de réaction, coefficient de diffusion) mais aussi des caractéristiques de toutes les autres phases présentes dans le couple de diffusion A/B [5]. Afin de simplifier le système, limitons nous au cas où deux phases ( $A_2B$  et AB) se forment simultanément. En supposant que, seule l'espèce A est mobile dans un couple de diffusion A/B, les flux de l'espèce diffusante à travers les phases  $A_2B$  et AB sont respectivement  $J_1^A$  et  $J_2^A$  ;  $e_1(t)$  et  $e_2(t)$  sont respectivement les épaisseurs des phases  $A_2B$  et AB (figure 2.3).



**Figure 2. 3:** Représentation schématique de la croissance simultanée de deux phases A<sub>2</sub>B et AB par réaction à l'état solide entre deux éléments A et B

Dans ce système, la croissance de la phase A<sub>2</sub>B se produit à l'interface A<sub>2</sub>B/AB par la diffusion de l'élément A à travers la phase A<sub>2</sub>B puis par sa réaction avec AB.

La phase AB croît quant à elle aux deux interfaces A<sub>2</sub>B/AB et AB/B. En effet, à la première interface, le composé A<sub>2</sub>B se dissocie pour former AB en libérant un atome de A qui diffuse jusqu'à la seconde interface avec un flux pour réagir avec l'élément B et former AB.

Autrement-dit la formation de la phase A<sub>2</sub>B est régie par les deux réactions suivantes :



Et la formation de la phase AB est régie par les réactions suivantes :



On en déduit donc les équations donnant la variation des taux de croissance des deux phases A<sub>2</sub>B et AB formées simultanément :

$$\frac{de_1}{dt} = J_1^A - J_2^A$$

$$\frac{de_2}{dt} = 2J_2^A - J_1^A$$

$e_1, e_2$  sont respectivement les épaisseurs des deux phases  $A_2B$  et  $AB$ .

Nous constatons d'après les équations précédentes que la variation de l'épaisseur de chacune des phases ( $A_2B$ ,  $AB$ ) dépend des deux flux  $J_1^A$  et  $J_2^A$ . Il y aura autant de facteurs que de phases en formation simultanée. Ceci montre le couplage qui existe entre les taux de croissance des différentes phases qui se forment simultanément.

### II.1.3.3. Formation séquentielle de phases

Le problème de la croissance séquentielle a été abordé par plusieurs auteurs [7], [8]. La formation séquentielle est expliquée par une instabilité cinétique due à une compétition entre les vitesses de réaction aux interfaces et la diffusion dans les phases en croissance [5]. L'instabilité cinétique peut être présentée de la façon suivante : lorsque deux phases croissent simultanément, le taux de croissance d'une phase donnée ne dépend donc pas uniquement des caractéristiques propres de cette phase mais des caractéristiques de toutes les phases formées. Supposons que chaque phase ait une croissance linéaire parabolique, on peut imaginer une situation dans laquelle le flux de la phase 1 est limité par un processus de diffusion tandis que celui de la phase 2 est contrôlé par le taux de réaction. On a alors  $J_1 = \alpha/e_1$  et  $J_2 = R_2$  ( $R_2$  est proportionnel au temps de la réaction).

$$\frac{de_1}{dt} \propto \frac{\alpha}{e_1} - R_2 \quad \text{et} \quad \frac{de_2}{dt} \propto 2R_2 - \frac{\alpha}{e_1}$$

La phase 2 commencera à croître quand :

$$\frac{de_2}{dt} > 0 \quad \text{C'est-à-dire lorsque } e_1 > \frac{\alpha}{2R_2}$$

Cela définit une épaisseur critique que la phase 1 doit atteindre avant que la phase 2 ne commence à se former. Cette épaisseur est donc fixée par le taux de réaction de la phase 2 et par la capacité de diffusion dans la phase 1, est du même ordre de grandeur que l'épaisseur du film, le film métallique est alors consommé complètement avant que les autres phases ne croissent ce qui conduit à une formation séquentielle. [9]

#### **II.1.4. Influence des paramètres de soudage**

Les conditions opératoires du cycle de soudage (état de surface, atmosphère, température, pression et temps de palier de soudage) sont des paramètres essentiels pour le soudage par diffusion.

Pour créer un joint de haute qualité, il est nécessaire de bien nettoyer les deux surfaces métalliques qui sont soudées ensemble. Le processus de nettoyage permet également d'éviter toute oxydation supplémentaire des métaux pendant le collage. Ensuite, la chaleur est appliquée aux matériaux à une température prédéterminée. Il est nécessaire de s'assurer que le processus est maintenu à cette température pendant une période déterminée jusqu'à ce qu'il passe à l'état plastique. Ensuite, une pression suffisante est appliquée pour créer une soudure par diffusion solide. Il faut également s'assurer de la stabilité du vide ou de l'atmosphère protectrice pendant le processus. En fait, pour réaliser un joint de haute qualité entre deux matériaux hétérogènes, il faut d'abord effectuer plusieurs tests avec le matériau choisi afin de déterminer les paramètres de soudage appropriés pour la soudure par diffusion.

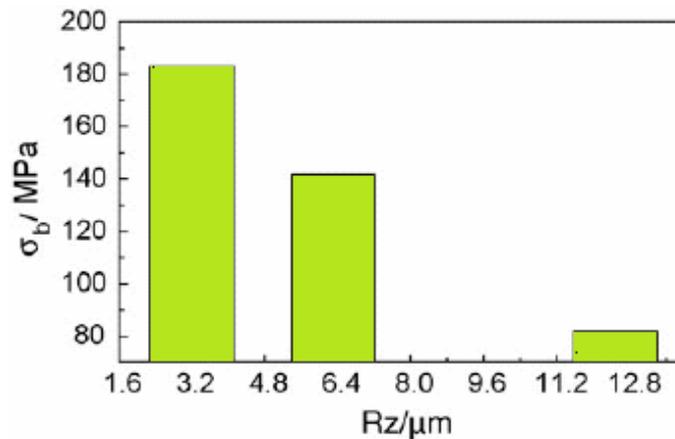
##### **II.1.4.1. Etat de surface**

La hauteur et la fréquence des aspérités de surface définissant le joint déterminent l'étendue du contact initial avec la surface et influencent ainsi le taux de collage. Il est nécessaire d'éliminer les contaminants et les oxydes de surface avant le collage, car ils persisteront dans les joints ou devront être éliminés par solution au fur et à mesure du collage. Par conséquent, il faut des températures et des pressions comparativement plus élevées pour coller les alliages à base d'aluminium que les alliages à base de cuivre [10].

##### **a. La rugosité**

La surface réelle des métaux présente une rugosité irrégulière, ceci donne lieu aux vides résiduels que l'on observe à l'interface du joint [11].

He et al. [12] ont mis en évidence l'influence de l'état de surface sur la performance de la soudure en soudage par diffusion à haute pression (HPDB) des alliages de titane avec l'acier inoxydable austénitique avec un intercalaire en aluminium. Ils ont conclu que la performance mécanique des jonctions était plus appréciable quand l'état de surface comprenait des rugosités plus faibles. La figure 2.4 représente l'effet de la rugosité de surface sur la charge à la traction des éprouvettes soudées.



**Figure 2. 4:** Effet de l'état de surface sur la contrainte de traction du couple Ti/ Acier inox [12].

La force de la liaison par diffusion peut également être affectée par les conditions de surface. Il existe des couches adsorbants (huile, graisse, poussière, saleté, rouille, peinture, etc.) sur les surfaces, qui doivent être éliminées. Ces couches empêchent un contact suffisant entre deux surfaces en contact. Par conséquent, la qualité du joint peut être réduite [13].

#### **b. Les couches superficielles d'oxydes**

En pratique, outre l'aspect géométrique (présence des aspérités) des surfaces des solides, elles sont toujours couvertes de couches très adhérentes d'oxydes issus des gaz absorbés, d'eau et d'autres substances (aspect physico-chimique), lesquelles il faut s'en débarrasser pour assurer une jonction saine et résistante.

Effectivement, les couches superficielles d'oxydes des alliages d'aluminium ont tendance à se former immédiatement après leurs éliminations par des moyens mécaniques ou chimiques. Ceci entrave la migration des atomes à travers l'interface et retarde l'établissement des liaisons métalliques à son niveau. D'après Jouffrey et al. [14], une certaine rugosité de surface plus au moins élevée favorise la rupture des oxydes superficiels par déformation plastique des aspérités de l'aluminium.

Par ailleurs, Latouche et al. [15] dans leur étude menée sur l'effet de certains paramètres opératoires sur le soudage par diffusion de l'alliage d'aluminium A2017, indiquent qu'aux faibles températures de soudage, la résistance du joint est autant plus élevée que la rugosité des surfaces l'est. Ils attribuent ces résultats à l'apparition de contraintes locales plus élevées. Alors que qu'au-delà de 550°C, l'état de surface ne semble plus affecter la résistance du joint.

Certaines méthodes, autres que le polissage mécanique conventionnel, ont été proposées pour rendre moins nuisible la présence des oxydes de surfaces. Une première méthode consiste à l'application au niveau de l'interface d'une vibration ultrasonique qui provoque la rupture et la dispersion des oxydes de surfaces.

Une deuxième consiste à appliquer une pression importante jusqu'à une certaine température, et la diminuer au fur et à mesure que la température augmente. C'est le soudage diffusion dynamique. Ce procédé permet de réduire considérablement la durée de l'opération et les oxydes de surface, ce qui conduit à une amélioration des performances mécaniques [16].

On peut dire, que la résistance du joint soudé est déterminée d'une part par la rugosité des surfaces en contact et d'autre part par l'élimination des oxydes de surfaces.

#### **II.1.4.2. La température**

Dans le processus de réalisation d'une soudure par diffusion, la température a un rôle crucial, celui de gouverner le comportement et le mouvement coopératif des atomes dans le réseau cristallin. Pour arriver à rompre les liaisons interatomiques, il faut fournir une énergie au moins égale à celle de l'énergie de cohésion du réseau. L'effet quantitatif de la température sur la diffusion des atomes suit une loi d'Arrhenius, il est évident que les processus de diffusion varient exponentiellement avec la température. Par conséquent, un très petit changement de température affecte de manière significative le processus de diffusion [17], [18]. De ce fait, plusieurs auteurs [19], [20] ont proposé des températures de soudage allant de 0,5 à 0,8 de la température de fusion ( $T_f$ ) du matériau.

L'effet de la température est étroitement lié à la contrainte d'accostage. Pour pouvoir rompre les liaisons interatomiques il faut que le contact physique réalisé permet aux atomes situés de part et d'autre de l'interface soit suffisamment rapproché pour que les forces d'attractions entrent en jeu.

Cependant, l'augmentation de la température ainsi que la contrainte doivent être choisis en prenant en compte les propriétés physicochimiques des matériaux, afin d'éviter des déformations rédhibitoires des pièces soudées. A titre d'exemple, l'aluminium est un matériau qui flue à des températures modestes provoquant des déformations inacceptables [15]. La connaissance des températures de transformation (fusion, transformation allotropique, recristallisation) permet de déterminer, en fonction des matériaux à souder, le domaine de température le plus adéquat pour le maintien isotherme.

Outre les transformations de phases, les coefficients de dilatation thermique dans le cas de soudage hétérogène, ont un rôle déterminant lors de déroulement ou de l'achèvement du processus. L'importance du rôle des écarts existant entre les coefficients de dilatation des deux matériaux à souder est aussi très variable selon les configurations géométriques des assemblages. A titre figuratif, ce facteur dans le soudage plan sur plan, ne jouera un rôle déterminant qu'après soudage, pendant le refroidissement, en induisant des contraintes résiduelles notamment à l'interface. Celles-ci sont d'autant plus néfastes que les phases formées dans la zone de diffusion sont plus fragiles. Alors que le soudage de deux pièces cylindriques concentriques (emboîtées), le problème est délicat en ce qui concerne l'établissement du contact physique sur toute la surface à souder. Il est peut être judicieux dans ce cas de réaliser un emboîtement tronconique, si la pièce qui a le plus grand coefficient de dilatation est placée à l'extérieur, un effet de frettage se produit au refroidissement, renforçant la liaison. Cette configuration a été adoptée par J.Y.Blanc et al. [20]

#### **II.1.4.3. Le temps de maintien**

L'établissement d'une soudure par diffusion s'effectue en trois stades temporels-thermique : (1) élévation de la température selon une vitesse déterminée ; (2) temps de maintien isotherme à une durée définie et (3) refroidissement à une vitesse donnée. Pour ce travail de thèse, nous allons prendre en considération uniquement le temps de maintien isotherme. Ce facteur, détermine la résorption des éventuels défauts de contact, l'élimination des oxydes et la coalescence de l'interface. Les mécanismes intervenant lors d'une soudure par diffusion dépendent du temps et de la température. Pour une diffusion unidirectionnelle la distance moyenne parcourue par un atome s'exprime par la relation suivante :

$$X = K\sqrt{Dt}$$

Ou X : la distance moyenne parcourue par un atome exprimée en  $\mu\text{m}$ .

K : une constante.

D : coefficient de diffusion ( $\text{cm}^2/\text{s}$ ).

t : temps de diffusion en s.

En pratique, le temps de maintien isotherme est fonction aussi des deux autres paramètres opératoires, la pression et l'état de surface. Le temps, doit être à la fois suffisant pour permettre l'élimination complète des cavités par écoulement de matière par déformation plastique des aspérités et la dissolution des couches d'oxydes en volume par transfert de matière par diffusion.

D'après blanchet et al. [21], dans certains cas, la prolongation du temps de soudage se traduit par une fragilisation, notamment lorsque des composés intermétalliques se développent.

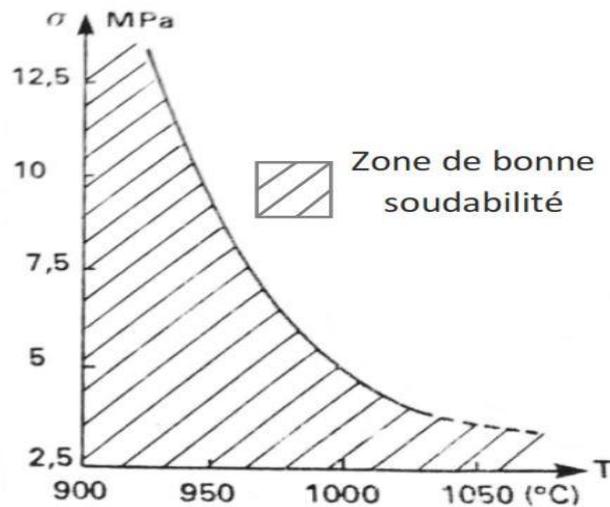
En effet, Devers et al. [16] dans leur étude caractérisation mécanique et microstructurale de jonctions réalisées par soudage diffusion dynamique, montrent qu'au niveau des performances mécaniques, un temps isotherme de 60s à 950°C, permet d'obtenir une résistance à la traction de 285MPa. Une augmentation de la durée isotherme induit une diminution de la résistance à la traction des assemblages. L'auteur et ces collaborateurs l'ont attribué vraisemblablement à une croissance de l'épaisseur des composés et donc l'accroissement de la taille des phases intermétallique.

Perona et al. [22] confirment cette hypothèse et prétendent que c'est uniquement dans le cas de faibles épaisseurs, de l'ordre de 4 à 5 $\mu$ m, des couches formées à l'interface ou l'on peut obtenir le maximum de résistance des joints, car les composés intermétalliques sont réduits à des quantités négligeables.

Tandis que, les soudures par diffusion effectuées sur des matériaux mutuellement compatibles, les meilleurs résultats de résistance sont en bonne corrélation avec le temps de maintien isotherme. En effet les courbes relatives à l'allongement à la rupture par traction de la liaison entre Zr-Ta étudié par Veyrac et al. [23] mettent en évidence une nette évolution de la qualité des jonctions en fonctions de la durée de soudage, en particulier aux températures de 640°C et 950°C.

#### **II.1.4.4. La pression**

Nous venons de voir que le contact intime entre les surfaces à joindre est assuré par intervention conjointe de la température (énergie thermique) et de la pression d'accostage (énergie mécanique). La courbe de la limite de soudabilité par diffusion de l'acier 15CDV6 (figure 2.5) établie par Jouffrey et al. [14] montre l'évolution et l'interdépendance de la contrainte de compression et la température de soudage. Ainsi, le soudage par diffusion nécessite un contrôle des paramètres énoncés précédemment, et le succès de cette opération résulte de la combinaison satisfaisante des divers paramètres.



**Figure 2. 5:** Courbe de limite de soudabilité de l'acier 15CDV6 [14].

Comme la pression d'accostage affecte différents stades de soudage, elle est difficilement quantifiable. Veyrac et al. [23] dans leur travail sur la réalisation d'une soudure par diffusion du couple Zr-Ta, estiment que l'obtention de jonctions de bonne qualité est tributaire simultanément de deux conditions, un pourcentage de contact supérieur à 85% et une épaisseur de diffusion supérieure à 45 $\mu$ m pour des temps de maintien isotherme entre 4 à 6h, sous de faibles pression d'accostage (<2Mpa). Alors que Devers et al. [19] ont pu avoir une jonction de qualité par diffusion des couples Ti-Ta et Zy4-Ta en 30s seulement, on appliquant une force de pression dynamique et un chauffage par induction (vitesse de chauffage 1500°C/min) avec une zone de diffusion de 2.5 $\mu$ m de largeur.

Cependant, des contraintes élevées ne permettent pas nécessairement d'éliminer les irrégularités de surface trop importantes et peuvent mener à des déformations rédhibitoires des pièces à souder. Dans le cas d'une pression uni-axiale, un accroissement de celle-ci provoque une déformation importante des pièces. L'annulation de la pression en cours d'essai est préjudiciable à la qualité des jonctions, car si les aspérités persistent, la cinétique de résorption des défauts se ralentit, et il faut alors augmenter la durée de soudage pour obtenir des assemblages de qualité équivalente. En revanche et d'après Pineau et al. [24] l'application d'une surpression temporaire se révèle très avantageuse en ce qui concerne la déformation des pièces, le gain de temps et la qualité des jonctions réalisées. L'effet d'une compression uni-axiale ou hydrostatique (HIP) est encore plus compliqué si la diffusion donne naissance à des phases intermédiaires [25]. Ainsi la nature des phases peut être modifiée et la vitesse de diffusion abaissée comme pour le couple Al-Cu [26].

#### **II.1.4.5. Influence de l'atmosphère**

L'influence de l'atmosphère de soudage sur les propriétés mécaniques d'une jonction en acier 304 a été étudiée par Ohashi [27]. La meilleure atmosphère de soudage est l'obtention d'un vide de 4.10 Pa. La faible tenue mécanique des jonctions réalisées sous air, argon et vide de 4Pa est expliquée par la présence d'inclusions et de pores résiduels à l'interface. Du gaz peut en effet se retrouver piégé dans des pores et ainsi réagir avec les surfaces à haute température. Ceci est notamment vrai pour un assemblage réalisé sous air. De plus, l'élimination de ces pores est fortement ralentie par la pression interne exercée par le gaz emprisonné. Lorsque le gaz est insoluble dans le matériau à souder comme l'argon, l'élimination des pores est alors impossible puisque la pression interne augmente au fur et à mesure que les pores rétrécissent [28]. Finalement, les pores se stabilisent vers une taille limite lorsque la pression interne est du même ordre de grandeur que la pression externe. Une atmosphère de soudage sous hydrogène permet d'éviter l'apparition d'inclusions à l'interface puisque l'atmosphère est fortement réductrice mais de nombreux pores à l'interface sont encore observés même si la solubilité de l'hydrogène dans les aciers est bonne.

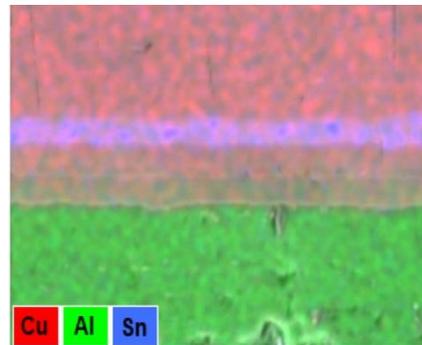
L'intérêt d'effectuer un assemblage sous un vide poussé est donc double : d'une part, cela n'entrave pas la fermeture des pores et, d'autre part, cela permet de diminuer la pollution aux interfaces.

## **II.2. Revue bibliographique sur le soudage par diffusion des joints Aluminium-Cuivre**

Durant les deux dernières décennies, de nombreux travaux ont étudié l'assemblage de l'Aluminium avec le Cuivre par différentes méthodes. En ce qui se suit, le résumé des études les plus récentes et les plus importantes qui se sont intéressées au soudage par diffusion de l'Aluminium ou ses alliages avec le Cuivre.

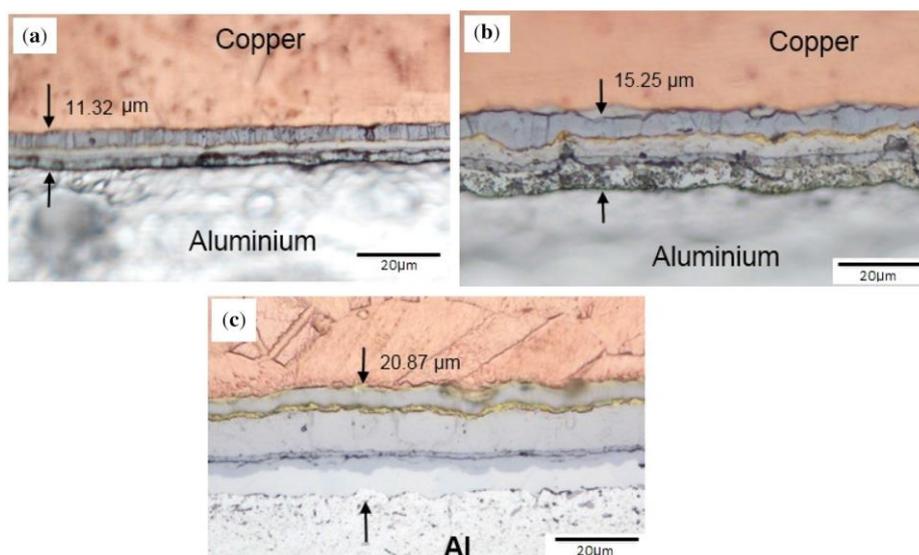
Le travail d'Elsa et al. [29] se reposait sur l'amélioration des propriétés mécaniques d'un joint Aluminium/Cuivre soudé par diffusion, en contrôlant la pression de compression pendant le soudage. Ils ont gardé la température de soudage constante à 600°C, et un temps de maintien d'une (01) heure. Un intercalaire en Etain (Sn) de 100µm d'épaisseur a été inséré entre les métaux de base.

Un mappage en EDS (figure 2.6) à révéler une diffusion des atomes de Cuivre beaucoup plus prononcée par rapport à celle des atomes d'Aluminium. Cette différence en vitesse de diffusion n'a pas provoqué des vides notable de Kirkendall dans la zone de collage du joint Al/Cu lorsque la pression de collage était augmentée (voir figure 2.7).



**Figure 2. 6:** Mappage EDS sur un joint Al-Cu [29].

L'augmentation de la pression de collage a amélioré la profondeur de diffusion ou l'épaisseur de la couche d'interaction au niveau du joint Al/Cu. Les épaisseurs de la couche d'interaction de 11.32, 15.25 et 20.87  $\mu\text{m}$  ont été obtenues à des niveaux de pression de 5, 8 et 12,5 MPa, respectivement (figure 2.7). Cette observation confirme qu'une augmentation du niveau de pression de collage facilite d'avantage l'interdiffusion des éléments et la réaction chimique spontanée dans la région adjacente des surfaces interfaciales (des substrats Al et des substrats de Cu). Ce phénomène est attribué au contact « surface à surface » intensifié dans la région interfaciale des métaux (Al et Cu) lorsque la pression d'adhésion augmente.



**Figure 2. 7:** Effet de la pression de collage sur l'épaisseur de la couche d'interaction à (a) 5 MPa, (b) 8 MPa et (c) 12,5 MPa [29].

Ils ont constaté qu'une augmentation du niveau de pression de liaison favorise la formation d'un délaminage latéral aux interfaces des phases IMCs formées à l'interface.

Aussi, la résistance à la rupture du joint collé Al/Cu s'améliore lorsque la pression de collage est augmentée de 5 à 12,5 MPa, une résistance des joints de 78,39, 98,24 et 108,47 MPa a été obtenue à des pressions de collage de 5, 8 et 12,5 MPa, respectivement. L'amélioration de la résistance du joint a été attribuée à l'augmentation de la profondeur de diffusion à l'interface du joint Al/Cu au fur et à mesure que le niveau de pression augmentait.

L'objectif de l'étude de Teng et al. [30] était d'examiner l'effet de variation de l'épaisseur d'une couche intermédiaire en Nickel (Ni) sur le soudage par diffusion de Al-Cu, et de comparer les résultats avec un joint Al-Cu à liaison directe. Le soudage par diffusion a été réalisé par pressage isostatique à chaud (HIP), deux intercalaire en Ni de 5 et 40µm d'épaisseur ont été utilisés. L'ensemble, sous pression de 50Mpa, est introduit dans un four sous vide et chauffé à 500°C et maintenu pendant trois (03) heures, puis refroidi dans le four jusqu'à la température ambiante.

Selon les résultats, divers composés intermétalliques ou des solutions solides se sont formés dans la zone d'interface. AlCu<sub>3</sub> et AlCu peuvent être détectés et identifiés dans les pics de diffraction. Cependant, Al<sub>2</sub>Cu, Al<sub>4</sub>Cu<sub>9</sub>, Al<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>, Al<sub>3</sub>Cu<sub>4</sub>, qui pourraient être formés à l'interface Al-Cu ne sont pas trouvés dans les échantillons. Pour les échantillons avec une couche intermédiaire de Ni, des composés intermétalliques Al-Ni se sont formés pendant le processus de liaison par diffusion. Par conséquent, il est raisonnable de spéculer que l'ajout d'une couche intermédiaire de Ni pourrait empêcher la formation de composés Al-Cu dans la zone des joints.

Les résultats ont montré que la dureté de la zone d'interface est élevée d'une manière plus significative que celle des matrices Al et Cu. La dureté des joints Al-Ni-Cu est beaucoup plus élevée que celle du joint Al-Cu, atteignant une valeur élevée de 13,5 GPa dans la zone des composés Al-Ni. L'augmentation de la dureté est principalement due à la formation des IMCs comme résultat de l'inter-diffusion de Al/Cu et Al/Ni, ce qui entraîne une augmentation significative de la valeur de la dureté. [30]

Un autre travail, celui de Jiangtao et al. [31], avait comme objectif d'étudier l'évolution microstructurale et les propriétés mécaniques des joints Al-Cu, Al-Ni-Cu et Al-Ag-Cu soudés par diffusion (Ni et Ag sous forme de feuillard).

Pour fabriquer les joints Al-Ni-Cu (ou Al-Ag-Cu), le Cuivre a été d'abord soudé avec des feuilles de Ni (ou Ag) à 900 °C (ou 700 °C) sous une pression de 5 MPa pendant 60 minutes, puis lié avec l'Aluminium à 480 et 540 °C (ou 440 et 480 °C) sous 10 et 15 MPa pendant 60 minutes. Quant au soudage direct de l'Aluminium avec le cuivre, les paramètres de soudage étaient de 480 et 540 °C, 3 MPa de pression et 60 min de maintien. Lorsque l'assemblage est terminé, les spécimens ont été refroidis au four. Les paramètres spécifiques utilisés pour les processus de soudage par diffusion d'Al-Cu, Al-Ni-Cu et Al-Ag-Cu sont présentés dans le Tableau 2.1

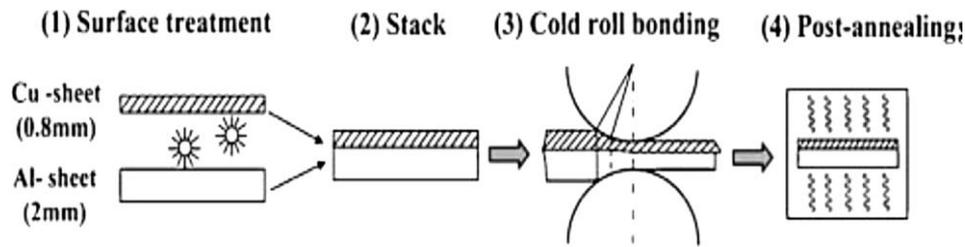
**Tableau 2. 1:** Paramètres du soudage par diffusion et résultats d'inspection visuelle des joints Al-Cu, Al-Ni-Cu et Al-Ag-Cu [31].

	Temperature, °C	Pressure, MPa	Time, min	Interlayer thickness, μm	visual inspection
Al-Cu	480, 500, 520, 540	10	60		bonded unbonded
Al-Ag-Cu	440, 460, 480 460	15	60	10 50	bonded unbonded
Al-Ni-Cu	480 500, 520 500, 520, 540	10	60	20 20 50	unbonded bonded bonded

Sur la base de l'étude comparative des microstructures et des propriétés mécaniques des joints Al-Cu, Al-Ag-Cu et Al-Ni-Cu soudés par diffusion, les conclusions suivantes ont été tirées :

- L'Aluminium et le Cuivre peuvent être liés par diffusion avec succès en insérant une couche intermédiaire de Ni de 20 ou 50 μm d'épaisseur à 500-540 °C sous 10 MPa pendant 60 min, et la résistance maximale à la traction de l'assemblage Al-Ni-Cu a atteint 47 MPa. Les joints Al-Cu et Al- (10 μm) Ag-Cu présentent des fissures lorsqu'ils ont été soudés à 480-520 °C/10 MPa/60 min et de 440-480 °C/15 MPa/60 min, respectivement.
- Les IMCs produits par le soudage par diffusion peuvent être Al<sub>2</sub>Cu, AlCu et Al<sub>4</sub>Cu<sub>9</sub> pour la jonction Al-Cu, Ag<sub>2</sub>Al, Al<sub>2</sub>Cu et AlCu pour la jonction Al-Ag-Cu, et Al<sub>3</sub>Ni pour l'assemblage Al-Ni-Cu. Cependant, le coefficient de diffusion de l'Al dans le Cu ou l'Al dans l'Ag étant beaucoup plus important que celui de l'Al dans le Ni, l'épaisseur de la couche d'IMCs dans le joint Al-Cu ou Al-Ag-Cu était beaucoup plus importante (15-50 μm) que dans le joint Al-Ni-Cu (moins de 3,8 μm). La couche d'IMCs la plus mince a permis au joint Al-Ni-Cu d'avoir la microdureté la plus basse et la résistance la plus élevée dans les trois types de joints.

L'objectif de l'étude de Yuan et Sing [32] était d'examiner l'évolution de la structure de l'interface, d'un bimétal Al/Cu laminé à froid, pendant le processus de recuit. La figure 2.8 montre le schéma de production des plaques Al-Cu laminées.



**Figure 2. 8:** Une présentation schématique du soudage par laminage à froid [32].

Les échantillons bimétalliques Al/Cu ont été recuits à diverses températures de 200, 250, 300, 400, 500 et 540 °C pour différents temps de maintien. Les résultats sont synthétisés comme suit :

- L'interface du bimétal Al/Cu est constituée de composés intermétalliques différents, leur formation est affectée par leurs énergies de formation et le taux d'interdiffusion des atomes.
- La croissance des composés intermétalliques est contrôlée par le mécanisme de diffusion volumique.

Un travail récent de Kim et al. [33], semblable au précédent, avait l'objectif d'étudier l'influence du recuit sur l'évolution microstructurale et les propriétés mécaniques de tôles laminées à deux plis en alliages d'aluminium et de cuivre. Avant le laminage, l'alliage d'aluminium a été chauffé à 380°C pendant quelques secondes. Les conditions du traitement de Recuit après Laminage sont comme suit : température fixée à 400°C et des durées différentes de 10, 20, 30, 60, 90 et 120 minutes.

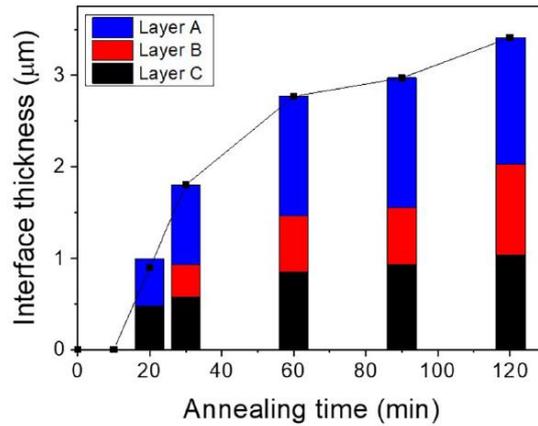
Tous les spécimens présentaient des interfaces sans défauts et sans fissures quel que soit le temps de recuit, ce qui implique que l'intégralité des interfaces maintenues est saine en termes de décollement interfacial.

Différentes couches d'IMCs se sont formées à l'interface Au fur et à mesure que le temps de maintien du recuit augmentait.

La figure 2.9 montre la variation des épaisseurs d'IMC en fonction du temps de recuit à 400 °C.

La formation de la couche  $Al_4Cu_9 + Al_2Cu$ , dont l'épaisseur est limitée en dessous de 1,0  $\mu m$ , était une condition préalable pour améliorer les propriétés mécaniques globales d'un joint

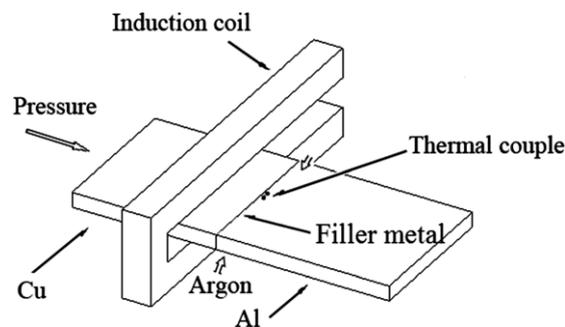
Al/Cu. La croissance supplémentaire des couches d'IMCs était préjudiciable à la résistance du joint.



**Figure 2. 9:** Effet du temps de recuit sur l'épaisseur des couches IMCs [33].

Similairement aux deux études précédentes, celui de Gang et al. [34] s'est concentré sur l'effet du traitement thermique sur la microstructure à l'interface et les propriétés des joints Al-Cu. Notons que la procédure d'élaboration des jonctions Al-Cu est un peu spécifique. Comme montré sur la figure 2.10, deux plaques, une en Aluminium de la série 1xxx et l'autre en Cuivre, sont maintenues en « bout à bout » sous pression. Un feillard de brasage en alliage d'Aluminium est inséré entre les deux plaques de base. La zone de contact est placée dans un circuit de chauffage par induction. Le soudage est effectué à une température entre 560 et 640°C sous différentes pressions et pour plusieurs durées, le joint ayant les bonnes caractéristiques obtenues est celui soudé à 600°C pendant 2s sous une pression de 9MPa.

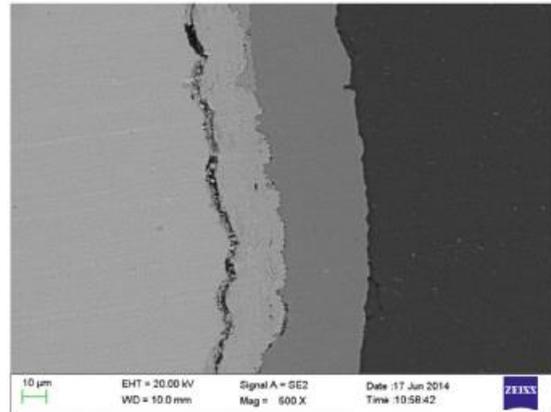
Le traitement thermique consiste à chauffer les joints optimisés à la température de 350°C et les maintenir pendant différentes durée à savoir : 0h, 16h, 144h et 500h.



**Figure 2. 10:** Croquis de l'appareil de brasage par induction [34].

Les morphologies des joints Al-Cu brasés traités thermiquement à 350 °C montrent des couches d'IMCs qui se trouvent à l'interface du joint. Le nombre des couches intermétalliques passe de deux couches à trois couches après le traitement thermique.

Des vides apparaissent au milieu des couches IMCs lorsque le temps de traitement thermique est de 16 heures. Les vides croissent dans une direction presque parallèle aux couches d'IMCs avec l'augmentation du temps de traitement. Une fissure discontinue composée de vides se forme après 500 heures de traitement thermique (figure 2.11).

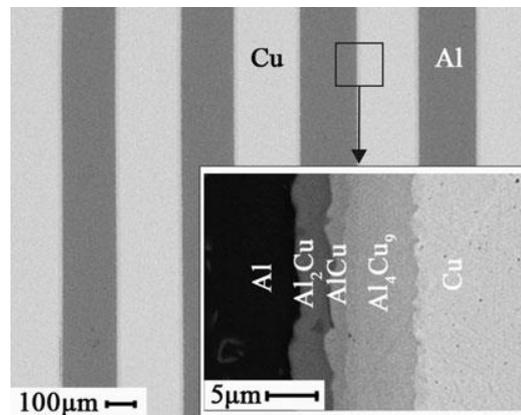


**Figure 2. 11:** Image MEB du Joint Al-Cu traité thermiquement à 350 °C pendant 500 h [34].

Dans ce travail, les auteurs ont, aussi, établi une relation linéaire entre les propriétés du joint et l'épaisseur des IMCs. Les propriétés des joints brasés sont meilleures que celles obtenues après traitement thermique. Le brasage est plus favorable pour maintenir la stabilité électrique et l'intégrité mécanique des joints Al-Cu.

Parmi les configurations des joints Al-Cu, on trouve les stratifiés. Guo et al. [35] ont mené leur recherche sur la formation de phases intermétalliques dans des stratifiés Al/Cu assemblés par diffusion. Après la préparation des disques en Cuivre pur et en Aluminium pur de 200µm, ces derniers ont été déposés en alternance dans un moule en graphite pour les souder à 400, 450 et 550°C pendant 10-30min. La technique utilisée était le PLASMA ACTIVATED SINTERING-PAS, une innovation récente qui se base sur la combinaison d'un courant continu pulsé et un courant continu avec l'application d'une pression qui permettent d'accomplir un frittage rapide.

Les stratifiés traités par PAS présentaient une bonne liaison entre les feuilles de Cu et d'Al, comme le montre la figure 2.12. Un ensemble de trois (03) couches d'intermétallique s'est formé à l'interface Al-Cu.

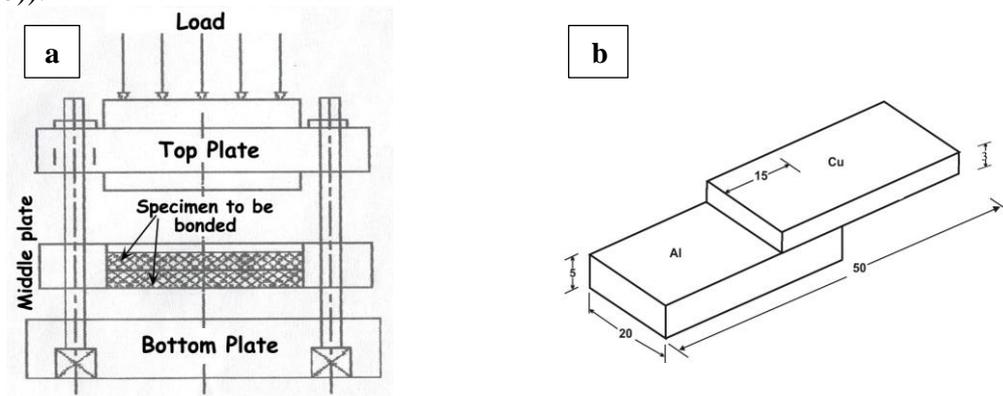


**Figure 2. 12:** Une image BSE typique de stratifiés Al-Cu liés par diffusion réalisée à 450°C pendant 30 min

Les principales conclusions de cette recherche sont résumées comme suit :

- L'interface dans les stratifiés Al/Cu liés par diffusion présente une morphologie plane, et trois phases intermétalliques,  $\text{Al}_4\text{Cu}_9$ ,  $\text{AlCu}$  et  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , disposés en séquence du Cu à Al, se forment à l'interface.
- Les relations entre chaque épaisseur de couche et le temps de réaction suivent la loi parabolique, indiquant que la cinétique de croissance des phases intermétalliques est contrôlée par la diffusion [35].

Mahendiran et al. [36] ont détaillé l'effet de la température, du temps et de la pression du soudage, d'une tôle en Aluminium 2024 avec une autre en Cuivre commercial (figure 2.13(a)), sur les propriétés mécaniques particulièrement la résistance au cisaillement (figure 2.13(b)).



**Figure 2. 13:** (a) Montage des pièces à souder, (b) éprouvette pour test de cisaillement

L'étude a montré que :

- Les paramètres du soudage par diffusion sont directement proportionnels à l'épaisseur de la couche de diffusion et à la dureté de l'interface.
- La résistance au cisaillement et la force de liaison maximale ont été obtenues pour le joint qui contenait une couche de diffusion moyenne (8  $\mu\text{m}$ ).
- Une température de collage de 500°C, une pression de collage de 12 MPa et un temps de maintien de 50 minutes se sont avérés être les paramètres optimaux du processus de soudage par diffusion.

Le cas est différent pour le soudage par diffusion Al-Cu réalisé par Wang et al. [37]. La jonction a été réalisée à une température de 690°C où l'Aluminium passe à l'état liquide. Trois (03) temps de maintien ont été choisis (20, 40 et 60 min). Les joints ont subi une trempe à l'eau à la fin du soudage.

L'analyse microstructurale a montré que les joints obtenus peuvent être divisés en trois (03) zones avec l'identification des phases dans chaque zone :

- Zone I :  $\text{Al}_2\text{Cu} + \text{AlCu}$
- Zone II :  $\text{Al}_2\text{Cu} + \text{eutectique} (\text{Al}_2\text{Cu} + (\alpha) \text{ d'Al})$
- Zone III :  $(\alpha) \text{ d'Al} + \text{eutectique}$ .

L'épaisseur des trois (03) zones est obtenue par calcul théorique et de mesures expérimentales, comme l'illustre la figure.2.14. Il est évident que la prédiction théorique est en bon accord

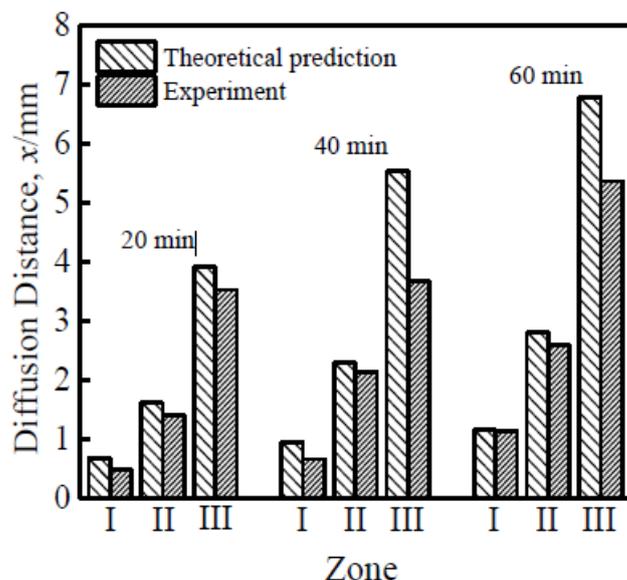


Figure 2. 14: Distances de diffusion théorique et expérimentale [37].

avec le résultat expérimental pour l'échantillon soudé pendant 20min. cependant, une différence est clairement visible pour les maintiens de 40 et 60min.

Dans le travail de Hanyan et al. [38], les chercheurs ont procédé au soudage par diffusion « liquide-solide » de deux métaux pure Al-Cu suivi d'un traitement de Recuit. La procédure expérimentale été faite comme suit :

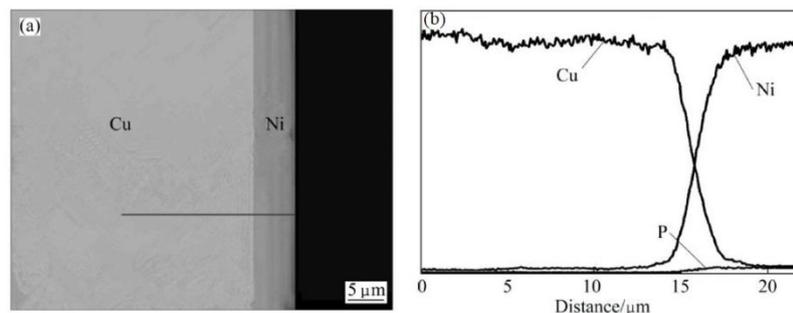
- Après la préparation de surface des métaux à souder, ils ont été mis dans un moule et chauffé à 700°C dans un four sous-vide puis refroidis dans l'enceinte du four.
- Deux (02) traitements de Recuit ont été appliqués aux échantillons soudés :
  - 1- Un Recuit à 200, 300 et 400°C pendant 02 heures.
  - 2- Un Recuit à 300°C pendant 30min et 01 heures.

A une température de recuit plus élevée, la diffusion des éléments devient plus rapide. Ainsi, plus de composés ou solutions solides peuvent être facilement formés, la couche d'inter-diffusion devient de plus en plus observée.

Pour une même durée de maintien, l'augmentation de la température de recuit entraîne l'augmentation de la largeur de la zone de diffusion.

L'augmentation de la durée de maintien diminue la force de liaison aux interfaces. La microdureté de l'interface est largement plus élevée que celles des deux substrats de base.

Le travail de Hu et al. [39] se focalise sur l'effet de déposer un intercalaire Ni-P sur la surface du substrat en Cuivre, (figure 2.15), sur l'évolution microstructurale et les propriétés du bimétal Al/Cu élaboré par coulée « Liquide-Solide ». La couche en Ni-P a été déposée selon les conditions rapportées par l'auteur [39]. En ce qui concerne le soudage, différentes températures (750, 780, 800 et 820°C) et durées de maintien (120, 150, 160 et 180°C) ont été choisis. Pour établir une étude comparative, des joints Al-Cu sont soudés sans le dépôt de la couche Ni-P.

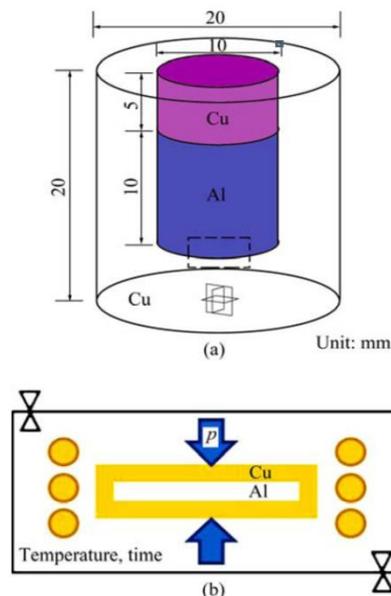


**Figure 2. 15:** (a) Images MEB du revêtement Ni-P sur substrat Cu (b) Distribution des éléments majeurs (Cu, Ni, P).

Les points essentiels issus de cette étude ont été :

- Le revêtement de Ni-P, en tant que film protecteur ainsi qu'une barrière de diffusion, peut efficacement inhiber la formation d'oxydes sur le substrat de Cu et aider à développer une jonction métallurgique solide.
- La température de soudage élevée et le long temps de préchauffage favorisent la diffusion entre la masse fondue de l'Aluminium et le Cuivre solide et la formation de composés intermétalliques fragiles.
- La conductivité du bimétal Al/Cu diminue avec la formation des couches intermétalliques, notamment l'influence néfaste de la phase  $Al_2Cu$ .

Kwang et al. [40] ont utilisé le pressage à chaud sous vide pour souder des jonctions Al-Cu par diffusion à l'état solide (figure 2.16). Deux stades de pression sont appliqués, le premier pendant le maintien à une température fixe, le second est appliqué pendant le refroidissement. La température de soudage varie dans l'intervalle [350-650°C].



**Figure 2. 16:** (a) schéma des dimensions des échantillons du couple aluminium/ cuivre (b) Pressage à chaud sous vide [40].

- Le soudage par diffusion en dessous de 500°C sous un taux de déformation constant présente un décollement latéral entre l'aluminium et le cuivre.
- L'interface du joint soudé à 550°C présente une morphologie plane composée de trois couches distinctes.

- Les valeurs de dureté des couches intermétalliques sont considérablement plus élevées que celles des métaux de base.

Une nouvelle étude, celle de Xiao et al. [41], s'est concentrée sur l'évaluation des propriétés micromécaniques des IMCs formés lors d'un soudage par diffusion d'un couple Al-Cu. Les métaux de base de grade pure sont initialement soudés à 350°C pendant 10min, le joint est ensuite mis dans une capsule sous argon pour un recuit de 312 heures à 500°C. La couche de diffusion obtenue est de l'ordre de plusieurs centaines de micromètres (figure 2.17)



**Figure 2. 17:** Micrographie BSE montrant les phases obtenues après le recuit à 500°C pendant 312 heures [41].

Les techniques utilisées comprenaient la nanoindentation conventionnelle et statistique, ainsi que des essais de compression. Ceci a permis de déterminer la dureté, le module d'élasticité, la limite d'élasticité pour presque toutes les phases intermétalliques.

Les travaux susmentionnés se sont principalement focalisés sur l'étude du soudage par diffusion de l'Aluminium et du Cuivre en faisant varier plusieurs paramètres entre autres la pression, l'introduction d'une couche intermédiaire, effet d'un recuit post-soudage ainsi que le soudage par diffusion à l'état liquide. Ceci étant dit, peu de travaux ont été dédiés à une étude plus détaillée comprenant la détermination des paramètres thermocinétiques qui, en étant combinés aux évolutions microstructurales et aux propriétés micromécaniques permettront de mieux optimiser les jonctions ainsi obtenues.

## Références Bibliographiques

- [1] C. Boudot, B. Boireau, A. Cottin, P. Lorenzetto, P. Bucci, and O. Gilia, “Manufacture of a shield prototype for primary wall modules,” *Fusion Eng. Des.*, vol. 83, no. 7–9, pp. 1294–1299, 2008, doi: 10.1016/j.fusengdes.2008.05.036.
- [2] L. F. Moreschi, A. Pizzuto, and I. Alessandrini, “Fabrication of a first wall panel by diffusion bonding,” *Fusion Eng. Des.*, vol. 61–62, pp. 123–127, 2002, doi: 10.1016/S0920-3796(02)00112-6.
- [3] Y. Bienvenu, “Assemblage par diffusion (soudage ou brasage),” *Tech. l’ingénieur Assem. des matériaux par soudage*, vol. base docum, no. ref. article : bm7747, 2010.
- [4] D. Aboudi, “Soudage diffusion par interposition d ’ éléments métalliques,” Thèse de Doctorat, Université Des Sciences Et De La Technologie Houari Boumediene-USTHB, 2017.
- [5] P. Gas and F. M. d’Heurle, “Formation of silicide thin films by solid state reaction,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 73, pp. 153–161, 1993, doi: [https://doi.org/10.1016/0169-4332\(93\)90160-D](https://doi.org/10.1016/0169-4332(93)90160-D).
- [6] J. Philibert, “Reactive Diffusion,” in *Diffusion in Metals and Alloys (DIMETA 88)*, 1990, vol. 66, pp. 995–1014, doi: 10.4028/www.scientific.net/DDF.66-69.995.
- [7] F. M. d’Heurle and P. Gas, “Kinetics of formation of silicides: A review,” *J. Mater. Res.*, vol. 1, no. 1, pp. 205–221, 1986.
- [8] U. Gösele and K.-N. Tu, “Growth kinetics of planar binary diffusion couples:”Thin-film case”versus”bulk cases”,” *J. Appl. Phys.*, vol. 53, no. 4, pp. 3252–3260, 1982.
- [9] F. M. d’Heurle, “Interface reactions with formation of a solid phase on a solid substrate: A short overview,” in *Materials Science Forum*, 1994, vol. 155, pp. 1–14.
- [10] N. Kulkarni, “Study of the Mechanical Performance of Similar and Dissimilar Titanium Alloy Joints Formed by Diffusion Bonding and Friction Stir Welding Processes,” University of Washington, 2015.
- [11] O. Ohashi and T. Hashimoto, “Study on Diffusion Welding (Report 3),” *J. JAPAN Weld. Soc.*, vol. 45, no. 6, pp. 485–491, 1976, doi: 10.2207/qjjws1943.45.485.
- [12] P. He, X. Yue, and J. H. Zhang, “Hot pressing diffusion bonding of a titanium alloy to a stainless steel with an aluminum alloy interlayer,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 486, no. 1, pp. 171–176, 2008, doi: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.08.076>.
- [13] N. F. Kazakov, “3 - Principal Bonding Variables and Recommended. Procedures for Diffusion Bonding in Vacuum,” in *Diffusion Bonding of Materials*, N. F. Kazakov, Ed.

- Pergamon, 1985, pp. 49–70.
- [14] Y. Jouffry, “Soudage par diffusion au four sous vide,” *Soudage et techniques connexes*, 1989.
- [15] S. K. Mary. T. T. Latouche, M. Cailler, “effet de certains paramètres opératoires sur le soudage par diffusion de l’alliage d’aluminium A2017,” *Soudage Tech. connexes*, 1989.
- [16] Devers, T., Bienvenu, Y., and Portier, R., “Caractérisation mécanique et microstructurale de jonctions acier inoxydable/hafnium réalisées par soudage-diffusion-dynamique,” *Rev. Met. Paris*, vol. 95, no. 5, pp. 621–630, 1998, doi: 10.1051/metal/199895050621.
- [17] C. G. A. O’Brien, “Welding Processes,” in *Welding Handbook*, American W., Miami, 1980.
- [18] W. H. Kearns, “Resistance and Solid-State Welding and Other Joining Processes,” in *Welding Handbook*, Macmillan, Ed. United Kindom: American Welding Society, 1980.
- [19] T. Devers and M. Hourcade, “30 Seconds Solid State Bonding of Metals,” in *Diffusion Bonding 2*, D. J. Stephenson, Ed. Dordrecht: Springer Netherlands, 1991, pp. 171–182.
- [20] J. Y. Blanc, P. Regnier, and R. Le Goff, “Fabrication par diffusion eutectique de jonctions tubulaires entre aciers austénitiques et zirconium, alliage de zirconium ou titane,” *Mémoires études Sci. Rev. métallurgie*, vol. 6, pp. 371–379, 1989.
- [21] Y. L. penven B. Blanchet, F. Boulanger, J.J. boulanger, “le soudage par diffusion,” *soudage et techniques connexe*, 1975.
- [22] G. Perona, R. Sesini, W. Nicodemi, and R. Zoja, “Study of zircaloy-2 — stainless steel diffusion bonds,” *J. Nucl. Mater.*, vol. 18, no. 3, pp. 278–291, 1966, doi: [https://doi.org/10.1016/0022-3115\(66\)90169-3](https://doi.org/10.1016/0022-3115(66)90169-3).
- [23] M. Veyrac, M. Hourcade, and B. Hocheid, “Réalisation de jonctions Zr-Ta par soudage-diffusion: influence des paramètres température, temps, pression, rugosité et optimisation des conditions de soudage,” *Mémoires études Sci. la Rev. métallurgie*, vol. 83, no. 3, pp. 137–147, 1986.
- [24] S. Pineau, M. Veyrac, M. Hourcade, and B. Hocheid, “Étude et réalisation de jonctions titane-tantale soudées par diffusion à haute température (855–920 °C): Influence des paramètres température, temps, pression et rugosité sur les propriétés mécaniques et optimisation des conditions de soudage,” *J. Less Common Met.*, vol. 109, no. 1, pp. 169–196, 1985, doi: [https://doi.org/10.1016/0022-5088\(85\)90116-X](https://doi.org/10.1016/0022-5088(85)90116-X).

- [25] A. Yves, *La diffusion dans les solides / par Y. Adda et J. Philibert. Tome II.* Saclay Paris: Institut National des Sciences et Techniques Nucléaires Presses Universitaires de France, 1966.
- [26] S. Storchheim, “Some Studies of Al-Cu and Al-Zr Solid State Bonding,” *JOM*, vol. 7, no. 8, pp. 891–907, 1955, doi: 10.1007/BF03377585.
- [27] O. Ohashi, “Effect of Welding Atmosphere on Residual Gas in Void at Diffusion-Welded Joint,” *Q. J. JAPAN Weld. Soc.*, vol. 4, no. 3, pp. 514–520, 1986, doi: 10.2207/qjjws.4.514.
- [28] H. Wang and Z. Li, “Diffusive shrinkage of a void within a grain of a stressed polycrystal,” *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 51, no. 5, pp. 961–976, 2003, doi: [https://doi.org/10.1016/S0022-5096\(02\)00039-X](https://doi.org/10.1016/S0022-5096(02)00039-X).
- [29] M. Elsa, A. Khorram, O. O. Ojo, and M. Paidar, “Effect of bonding pressure on microstructure and mechanical properties of aluminium/copper diffusion-bonded joint,” *Sadhana - Acad. Proc. Eng. Sci.*, vol. 44, no. 5, pp. 1–9, 2019, doi: 10.1007/s12046-019-1103-3.
- [30] Q. Teng, X. Li, and Q. Wei, “Diffusion Bonding of Al 6061 and Cu by Hot Isostatic Pressing,” *J. Wuhan Univ. Technol. Mater. Sci. Ed.*, vol. 35, no. 1, pp. 183–191, 2020, doi: 10.1007/s11595-020-2242-4.
- [31] J. Xiong, Y. Peng, H. Zhang, J. Li, and F. Zhang, “Microstructure and mechanical properties of Al-Cu joints diffusion-bonded with Ni or Ag interlayer,” *Vacuum*, vol. 147, pp. 187–193, 2018, doi: 10.1016/j.vacuum.2017.10.033.
- [32] C. Y. Chen and W. S. Hwang, “Effect of annealing on the interfacial structure of aluminum-copper joints,” *Mater. Trans.*, vol. 48, no. 7, pp. 1938–1947, 2007, doi: 10.2320/matertrans.MER2006371.
- [33] M. J. Kim, K. S. Lee, S. H. Han, and S. I. Hong, “Interface strengthening of a roll-bonded two-ply Al/Cu sheet by short annealing,” *Mater. Charact.*, vol. 174, no. February, 2021, doi: 10.1016/j.matchar.2021.111021.
- [34] X. G. Wang, X. G. Li, F. J. Yan, and C. G. Wang, “Effect of heat treatment on the interfacial microstructure and properties of Cu-Al joints,” *Weld. World*, vol. 61, no. 1, pp. 187–196, 2017, doi: 10.1007/s40194-016-0393-x.
- [35] Y. Guo, G. Liu, H. Jin, Z. Shi, and G. Qiao, “Intermetallic phase formation in diffusion-bonded Cu/Al laminates,” *J. Mater. Sci.*, vol. 46, no. 8, pp. 2467–2473, 2011, doi: 10.1007/s10853-010-5093-0.
- [36] G. Mahendiran, V. Balasubramanian, and T. Sethivelan, “Mechanical and

- metallurgical properties of diffusion bonded AA2024 aluminium alloy and commercial grade copper,” *Elixir Int. J.*, vol. 38, pp. 4283–4289, 2011.
- [37] C. Wang, S. Liang, J. Zou, Y. Jiang, and Q. Yang, “Quantitative Analysis of Microstructural Evolution at Cu/Al Solid-Liquid Bonding Interface,” *Xiyou Jinshu Cailiao Yu Gongcheng/Rare Met. Mater. Eng.*, vol. 47, no. 4, pp. 1037–1042, 2018, doi: 10.1016/s1875-5372(18)30116-4.
- [38] H. Li, W. Chen, L. Dong, Y. Shi, J. Liu, and Y. Q. Fu, “Interfacial bonding mechanism and annealing effect on Cu-Al joint produced by solid-liquid compound casting,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 252, pp. 795–803, 2018, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2017.10.050.
- [39] Y. HU, Y. qing CHEN, L. LI, H. dong HU, and Z. ang ZHU, “Microstructure and properties of Al/Cu bimetal in liquid–solid compound casting process,” *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.)*, vol. 26, no. 6, pp. 1555–1563, 2016, doi: 10.1016/S1003-6326(16)64261-9.
- [40] K. S. Lee and Y.-N. Kwon, “Solid-state bonding between Al and Cu by vacuum hot pressing,” *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 23, no. 2, pp. 341–346, 2013, doi: 10.1016/S1003-6326(13)62467-X.
- [41] Y. Xiao, H. Besharatloo, B. Gan, X. Maeder, R. Spolenak, and J. M. Wheeler, “Combinatorial investigation of Al–Cu intermetallics using small-scale mechanical testing,” *J. Alloys Compd.*, vol. 822, 2020, doi: 10.1016/j.jallcom.2019.153536.

# **Chapitre III**

## **Méthodes expérimentales et techniques de caractérisations**

## Chapitre III: Méthodes expérimentales et techniques de caractérisations

Ce chapitre est exclusivement consacré aux différentes techniques d'investigations entreprises dans le présent travail afin de répondre à la problématique de notre étude. Il comprend une description détaillée du protocole expérimental réalisé durant notre thèse, entre autres le mode d'élaboration de l'assemblage Al/Cu, les moyens de caractérisation microstructurale et micromécanique de l'interface ainsi obtenue.

### III.1. Matériaux d'étude

Le Tableau ci-dessous donne le résultat d'analyse de la composition chimique de l'alliage d'aluminium de la série 2xxx et du cuivre. Cette analyse est faite par la méthode de spectrométrie à étincelle (figure 3.1) dont le principe est basé sur la proportionnalité entre l'intensité des rayons X émis par un électron et la concentration de l'élément correspondant.

**Tableau 3. 1 :** Composition chimique des métaux de base à souder.

Element	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Cr	Pb	Ni
Al 2xxx	91.5	0.598	0.784	5.610	0.559	0.646	0.0704	0.0284	0.051	0.0246
Cuivre	0.0673	0.0058	0.188	99.500	0.0091	0.0016	0.1	0.0135	0.0176	0.0134



**Figure 3. 1:** Spectromètre à étincelage.

### III.2. Préparation des échantillons à souder

Les échantillons, d'alliage d'Aluminium et de cuivre, à souder ont été obtenus à partir des barreaux de 12mm de diamètre. Une découpe par tronçonneuse sous lubrification (figure 3.2) a permis d'avoir des disques de 8mm de hauteur.

Afin de réaliser le soudage par diffusion de ces disques, une préparation préalable a été réalisée. Elle consiste en :

- Un polissage mécanique (figure 3.3) en utilisant des papiers abrasifs à granulométrie décroissante (600P, 800P, 1000P, 1200P et 2400P)
- Un décapage chimique appliqué en surface des échantillons afin d'éliminer les oxydes et les impuretés. Les solutions chimiques utilisées dans notre travail pour réaliser le décapage sont comme suit : immersion de 10 minutes dans une solution de 10% NaOH suivi d'une trempe immédiate dans une solution de 50% HNO<sub>3</sub> pour l'alliage d'Aluminium et une immersion de 10 minutes dans une solution composée de 40% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 10 HCl et 5% HNO<sub>3</sub> pour le Cuivre.
- Un rinçage à l'eau et séchage immédiat sous pression d'air pur.
- Un nettoyage de 10 minutes dans un bain à ultrasons.



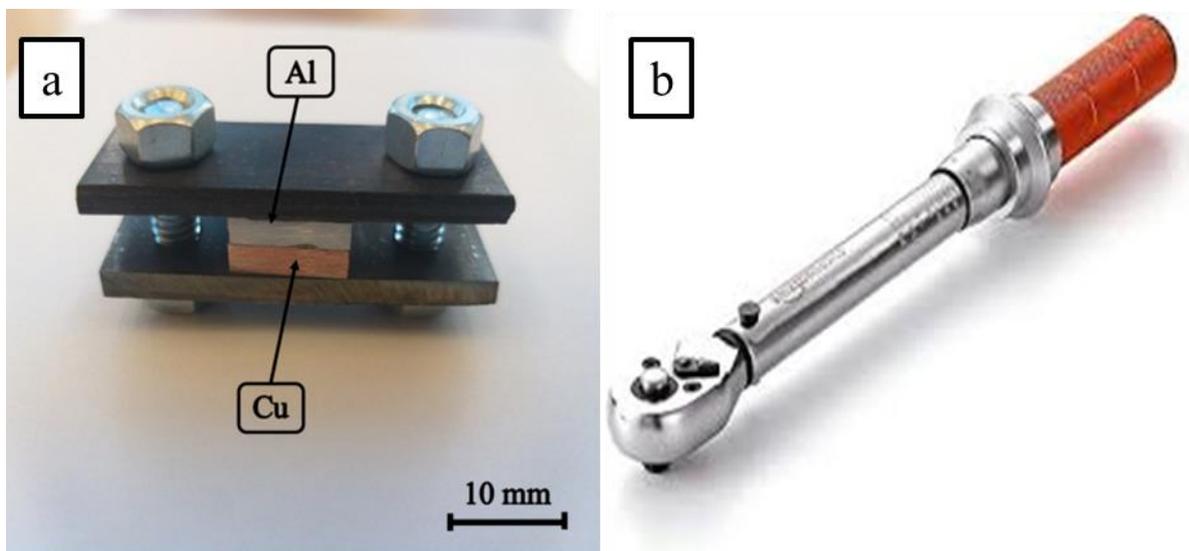
**Figure 3. 2:** Tronçonneuse sous lubrification



**Figure 3. 3:** Polisseuse

### III.3. Soudage par diffusion

Une fois la préparation achevée, les échantillons ont été montés immédiatement (afin d'éviter leur oxydation) sur un support tel qu'illustré sur la figure 3.4(a). Le Cuivre a été placé en dessous de l'alliage d'Aluminium. Le réglage de la pression à appliquer pour réaliser le soudage par diffusion a été effectué en utilisant une clé dynamométrique (voir figure 3.4(b)) fixée à une valeur de 5 N.m.



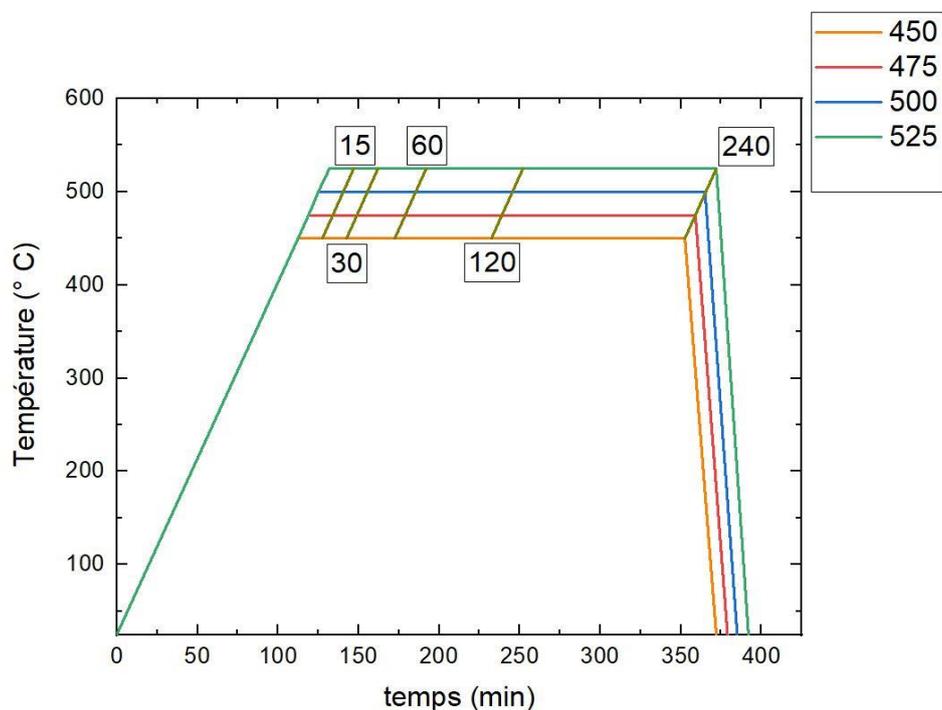
**Figure 3. 4:** (a) Support de montage (b) Clé dynamométrique de serrage.

L'ensemble ainsi obtenu est introduit dans un four tubulaire équipé d'une pompe à vide primaire pouvant atteindre  $10^{-3}$  mbar et branché à une source de gaz à pression réglable (figure 3.5). Les cycles thermiques réalisés dans le présent travail sont regroupés dans la

figure 3.6. Il est judicieux de noter qu'avant de lancer le programme de traitement thermique, l'enceinte du four a été portée à une pression de  $10^{-3}$  mbar suivi d'une injection d'un mélange de gaz composé d'Argon et d'Hélium (avec un débit constant de  $200 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ ) pour assurer une atmosphère protectrice pendant la durée des cycles.



**Figure 3. 5:** Four utilisé pour le soudage par diffusion.



**Figure 3. 6:** Paramètres de soudage par diffusion.

L'objectif de notre travail étant d'optimiser les paramètres du soudage par diffusion de l'assemblage Alliage d'Aluminium/Cuivre en tenant compte des changements microstructuraux engendrés, nous avons opté à faire varier deux paramètres essentiels que

sont la température de soudage et le temps de maintien. Dans cette optique, les assemblages alliage d'Aluminium/Cuivre ont subi les traitements thermiques suivants (figure 3.4) :

- Un chauffage avec une vitesse constante de 4°C/min jusqu'à la température de soudage (450, 475, 500 et 525 °C).
- Un maintien isotherme pendant différents temps (15, 30, 60, 120 et 240 min) suivi d'une trempe interrompue à l'air

### III.4. Préparation métallographique

Une fois le soudage réalisé, les jonctions ainsi obtenues ont été démontées. Les échantillons ont été soigneusement découpés, à la tronçonneuse, perpendiculairement à l'interface afin d'être utilisés dans les différentes caractérisations réalisées dans le présent travail (figure 3.7). Les échantillons ainsi découpés ont été enrobés à froid à l'aide d'une résine thermodurcissable pour éviter tout éventuel changement microstructural pouvant les affecter mais aussi pour faciliter leur préhension et leur manipulation.

Les échantillons enrobés ont subi un polissage mécanique progressif sous papiers abrasifs à grains décroissants (800P, 1000P, 1200P, 2400P et 4000P) placés sur des plateaux tournant à des vitesses de 200 trs/mn. Le polissage de finition est ensuite accompli sur les draps feutre à suspension diamantée de taille des grains de 0.25µm, et imbibé avec de l'eau distillée, et ce dans le but d'éliminer les rayures persistantes issues du polissage afin d'obtenir un état de surface miroir primordial pour une meilleure analyse métallographique.

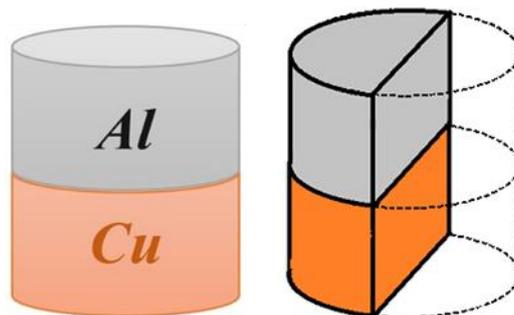


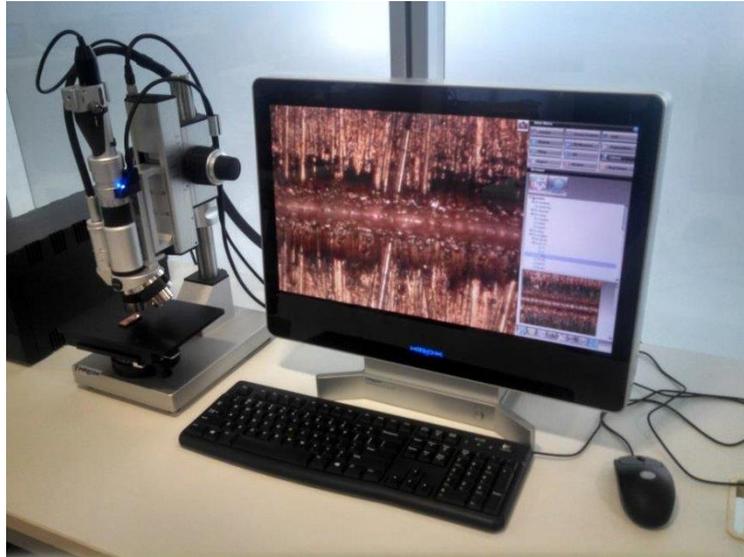
Figure 3. 7: Découpe perpendiculaire des joints soudés

### III.5. Techniques de caractérisation

#### III.5.1. Microscopie optique

Nous avons utilisé la microscopie optique pour observer l'interface de l'assemblage 2xxx-Cu aux différentes conditions de temps et de température durant le procédé de soudage par

diffusion. Les observations ont été effectuées au microscope optique de type HIROX Kh-8700 Digital (figure 3.8), sous grossissements allant de x50 à x1000.



**Figure 3. 8:** Microscope optique de type HIROX Kh-8700 Digital

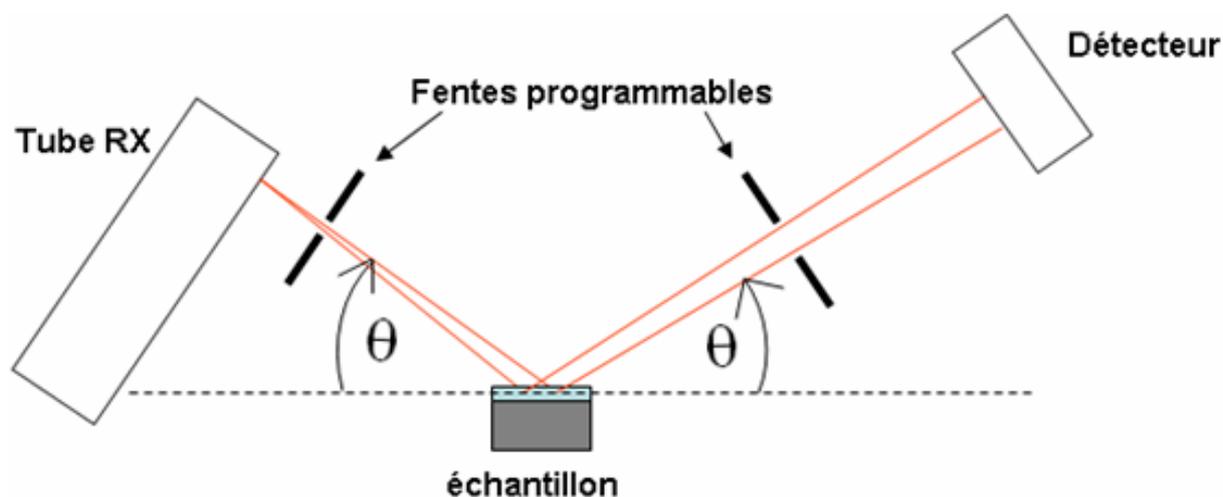
### III.5.2. Diffraction des rayons X

#### Principe

Le principe de la diffraction de rayons X est de faire bombarder un matériau cristallin par un faisceau de rayons X issu d'une cathode métallique (une cathode de cuivre le plus souvent), d'une longueur d'onde  $\lambda$ . Ce dernier est collimaté et dirigé vers l'échantillon en formant un angle  $\theta$  (figure 3.9). Ensuite, les rayons X sont diffractés par l'échantillon et reçus par un détecteur selon la loi de Bragg suivante :

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

Où  $n$  est un nombre entier,  $\lambda$  est la longueur d'onde du rayonnement incident,  $d$  est la distance interréticulaire, et  $\theta$  l'angle de diffraction.



**Figure 3. 9:** Schéma illustrant le principe de diffraction des rayons X

### Méthodologie

Pour l'analyse diffractométrique des différentes couches de diffusion de l'assemblage hétérogène alliage d'Aluminium/Cuivre réalisé par le procédé de soudage par diffusion, nous avons utilisé un diffractomètre BRUKER D8 DISCOVER équipé d'un goniomètre à 4 Cercles et d'un détecteur LYNXEYE-XE. Le logiciel d'analyse EVA DIFFRAC a été utilisé pour l'identification des pics de diffraction. Les conditions opératoires pour l'identification des phases par diffraction des rayons X sont regroupées dans le tableau ci-dessous.

**Tableau 3. 2:** Conditions opératoires de l'analyse des phases par rayons X

Radiation	Cu
Longueur d'onde $\lambda$	1,5418Å
Filtre $K_{\beta}$	Ni
Tension	40 kV
Intensité	40 mA
Orientation	Ponctuelle
collimateur	1mm
Intervalle $2\theta$	20-90°
Pas d'acquisition	0.02°
Temps d'acquisition	1s

### III.5.3. Microscopie électronique à balayage

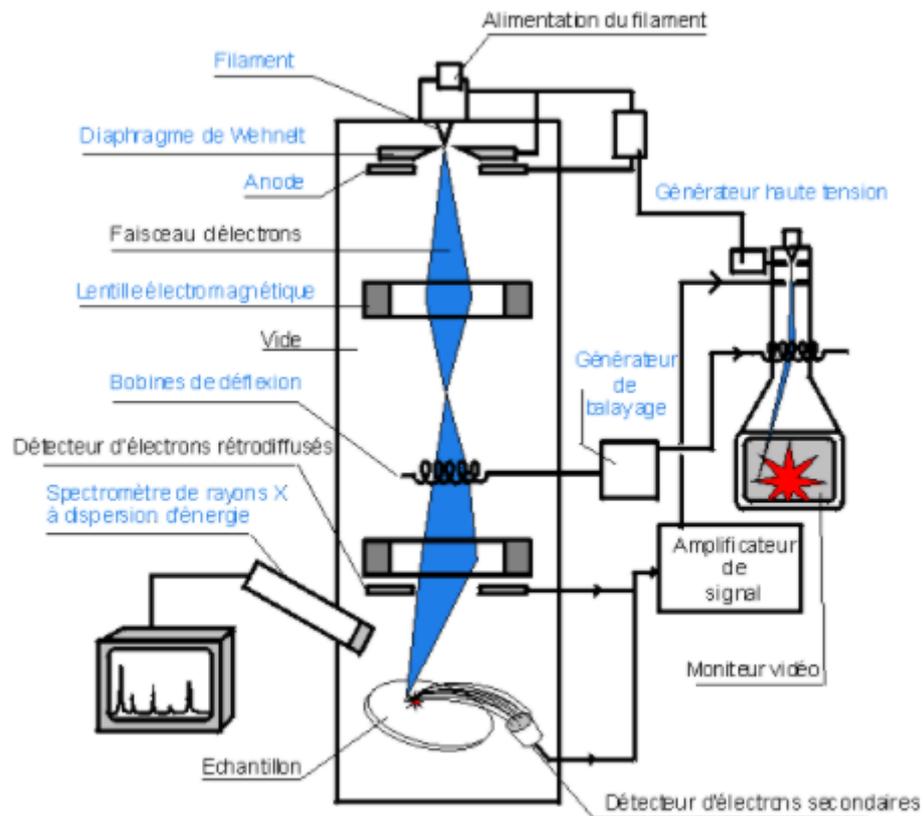
#### Principe

**3.2.1** Le microscope électronique à balayage (MEB ou SEM en anglais pour *scanning electron microscopy*) utilise un fin faisceau d'électrons, émis par un canon à électrons. Des lentilles électromagnétiques permettent de focaliser le faisceau d'électrons sur l'échantillon (figure 3.10).

**3.2.2** L'interaction entre les électrons et l'échantillon provoque la formation :

- D'électrons secondaires de plus faible énergie. Ils sont amplifiés puis détectés et convertis en un signal électrique. Les électrons secondaires sont émis lorsque le faisceau primaire qui a perdu une partie de son énergie excite les atomes de l'échantillon. Les électrons secondaires possèdent une énergie faible (autour de 50 eV) suivant un large spectre.
- D'électrons rétrodiffusés ou *back-scattered electrons* ou BSE qui sont des électrons du faisceau primaire qui ont réagi de façon quasi élastique avec les atomes de l'échantillon. Ils sont renvoyés dans une direction proche de leur direction d'origine avec une faible perte d'énergie. Le détecteur d'électrons rétrodiffusés est généralement placé à la verticale de l'échantillon dans l'axe du faisceau (afin de récolter le maximum d'électrons rétrodiffusés) et donc la vision du relief ne sera pas très bonne avec ce détecteur. Par contre les éléments chimiques possédant un numéro atomique élevé (charge positive du noyau plus grand) produisent d'avantage d'électrons rétrodiffusés que ceux ayant un numéro atomique faible. Les zones de l'échantillon avec numéro atomique élevé seront donc plus blanches que celles ayant un numéro atomique faible. On appelle cela le contraste de phase. Cette particularité est fortement appréciée pour juger de l'homogénéité chimique d'un échantillon avant par exemple de l'analyser.

**3.2.3** Ce processus est réalisé en chaque point de l'échantillon par un balayage du microscope. L'ensemble des signaux permet de reconstruire la typographie de l'échantillon et de fournir une image en relief et en contraste chimique.

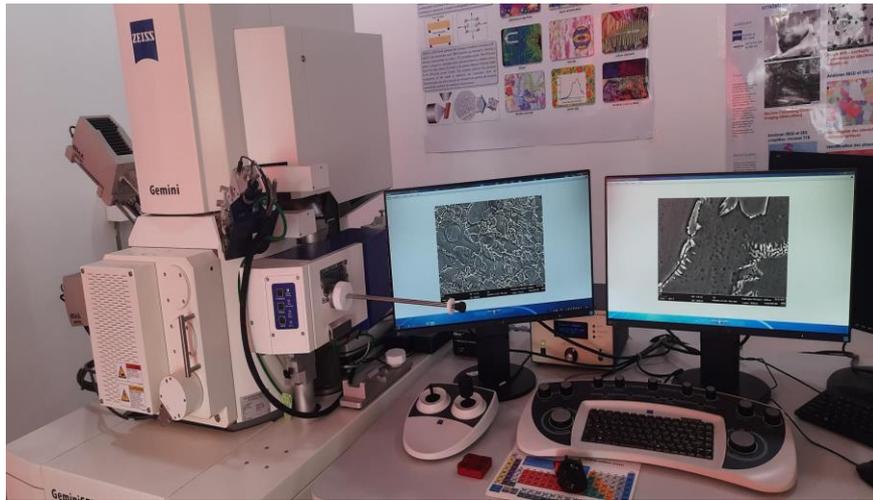


### 3.2.4

**Figure 3. 10:** Principe du fonctionnement du MEB.

### Méthodologie

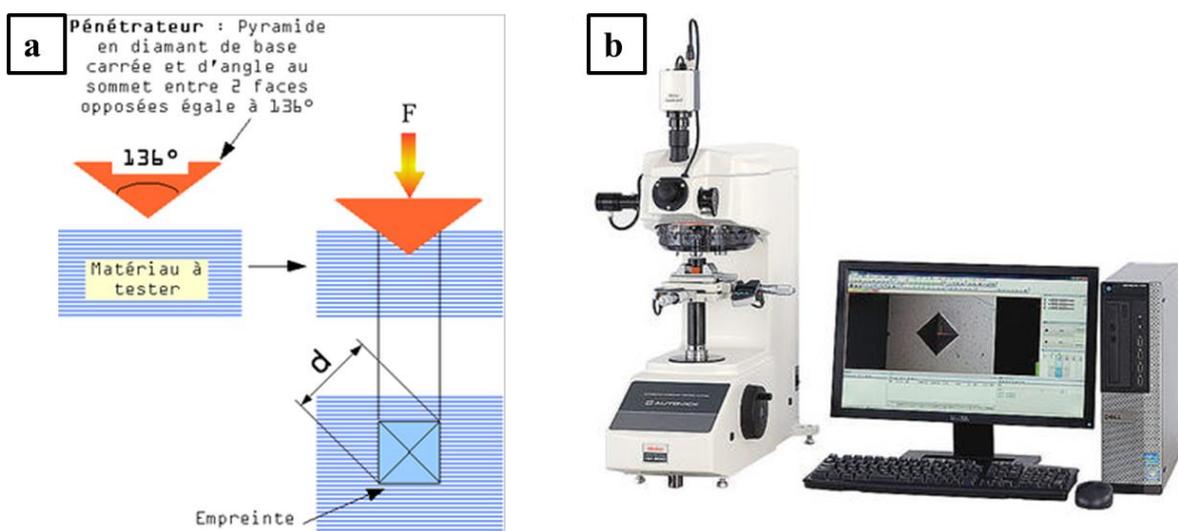
Le Microscopie Electronique à Balayage Environnemental, de type GEMINI SEM 300 de marque ZEISS (figure 3.11) équipé d'un canon à émission de champs (FEG) couplé à une spectrométrie à dispersion d'énergie EDS, a été utilisé pour l'examen détaillé de la microstructure et le contraste chimique au niveau des joints alliage d'Aluminium/Cuivre soudés par diffusion. L'imagerie BSE a été réalisée à des tensions d'accélération de l'ordre de 20 kV et à une distance de travail de l'ordre de 10mm afin de minimiser le volume d'interaction. Des analyses ponctuelles et linéaires par EDS ont été réalisées dans le but d'obtenir la composition en éléments et les profils de concentration, respectivement.



**Figure 3. 11:** Microscope électronique à balayage.

### III.5.4. Micro duresté

Un pénétrateur indéformable laisse une empreinte sur la surface du matériau à tester. On mesure les dimensions de l'empreinte et on en déduit la dureté. La mesure de dureté Vickers se fait avec une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre face égal à  $136^\circ$ . L'empreinte a donc la forme d'un carré ; on mesure les deux diagonales  $d_1$  et  $d_2$  de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient la valeur  $d$  en effectuant la moyenne de  $d_1$  et  $d_2$ . C'est  $d$  qui sera utilisé pour le calcul de la microdureté. Le test de microdureté a été réalisé sur un microduromètre de type Microhardness tester (HM-200) (figure 3.12) en appliquant une force de 5gf pendant une durée d'appui de 10 secondes.



**Figure 3. 12:** (a) Principe de microdureté Vickers, (b) Microduromètre (HM-200)

### III.5.5. Les tests de Nano-indentation

Les mesures de nano-indentation ont été effectuées à l'aide d'un nano-indenteur Hysitron Tribo-indenter (figure 3.13). Une série d'indentations a été réalisée en utilisant un indenteur de type Berkovich pour déterminer les propriétés micromécaniques (module d'Young et microdureté) des différentes phases existantes. Une charge de 20 mN a été appliquée avec une vitesse de charge/décharge 40 mN/min et un temps de maintien de 10s.



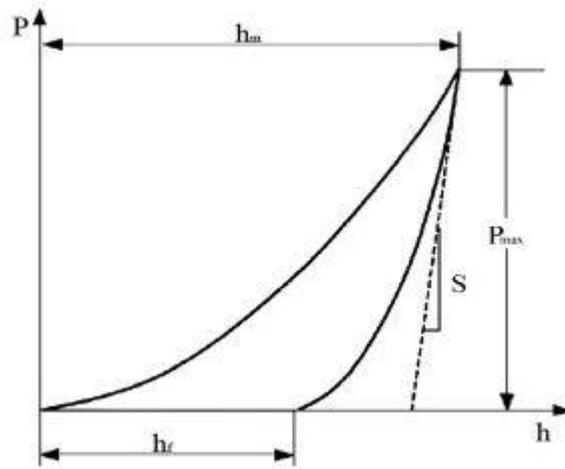
**Figure 3. 13:** Nano-indenteur Hysitron Tribo-indenter

#### Méthodes de calcul

Une courbe  $P - h$  typique dans un test d'indentation instrumenté est illustrée dans la figure 3.14. Deux paramètres importants (la profondeur d'indentation maximale  $h_m$  et la charge maximale  $P_{max}$ ) peuvent être obtenus à partir de la courbe  $P - h$ . Selon la loi de Kick, la courbe de charge peut être exprimée comme suit :

$$P = Ch^2$$

Où  $P$  est la charge appliquée,  $h$  est le déplacement du pénétrateur à l'intérieure de l'échantillon et  $C$  est une variable dépendante des propriétés du matériau élasto-plastique ainsi que de la géométrie du pénétrateur.



**Figure 3. 14:** Une courbe P - h typique dans un test d'indentation instrumenté.

Selon le modèle d'Oliver et Pharr [1], la courbe de décharge peut être décrite comme

$$P = B \times (h - h_f)^m$$

Où  $B$  et  $m$  sont des coefficients d'ajustement,  $h_f$  est la profondeur résiduelle après déchargement. La microdureté  $H$  peut être obtenue comme suit :

$$H = P_{\max} / Q$$

$Q$ , en tant que surface de contact effective, peut être obtenue par l'équation suivante :

$$Q = K h_c^2$$

Où  $K$  est une constante liée au pénétrateur, dont la valeur est de 24,56 pour le pénétrateur de Berkovich [2],  $h_c$  est la profondeur effective d'indentation et peut être calculée comme suit :

$$h_c = h_m - \gamma (P_{\max}/S)$$

$\gamma$  étant un coefficient (0,75 pour l'indenteur de Berkovich [3]).  $S$  est la rigidité de contact, qui peut être obtenue comme suit :

$$S = \frac{dP}{dh} \int_{h=h_m} = m \cdot B(h_m - h_f)^{m-1}$$

Le module simplifié  $E^*$  peut être décrit comme suit :

$$E^* = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} + \frac{S}{\sqrt{Q}}$$

Où  $\beta$  est une constante du pénétrateur (1,05 pour le pénétrateur de Berkovich [4]).

La relation entre  $E^*$  et le module d'Young  $E$  est donnée comme suit :

$$E = (1 - \nu^2) \left( \frac{1}{E^*} - \frac{1-\nu_I^2}{E_I} \right)^{-1}$$

où  $\nu$  est le coefficient de Poisson.  $E_i$  et  $\nu_i$  sont le module d'Young et le coefficient de Poisson du pénétrateur dont les valeurs sont respectivement de 1141 GPa et 0,07 pour le pénétrateur en diamant [5].

### III.5.6. Caractérisation par microscope à force atomique (AFM)

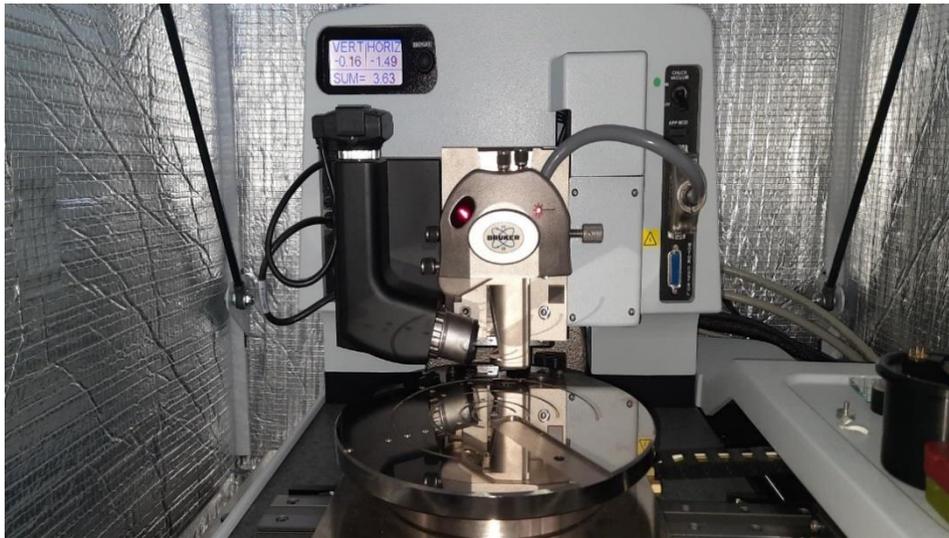
#### Principe :

La microscopie à force atomique (figure 3.15) est bien connue pour sa capacité à cartographier la morphologie de la surface d'un échantillon à l'échelle nanométrique. Son principe (figure 3.16) repose sur la détection des variations de l'interaction entre une surface et une pointe très fine, (figure 3.16-étape C) qui est fixée à l'extrémité d'un micro-levier flexible simplement encastré (figure 3.16-étape A). Suivant l'intensité et la direction de l'interaction pointe-surface, le micro-levier se déforme verticalement (figure 3.16-étape E) de manière proportionnelle.

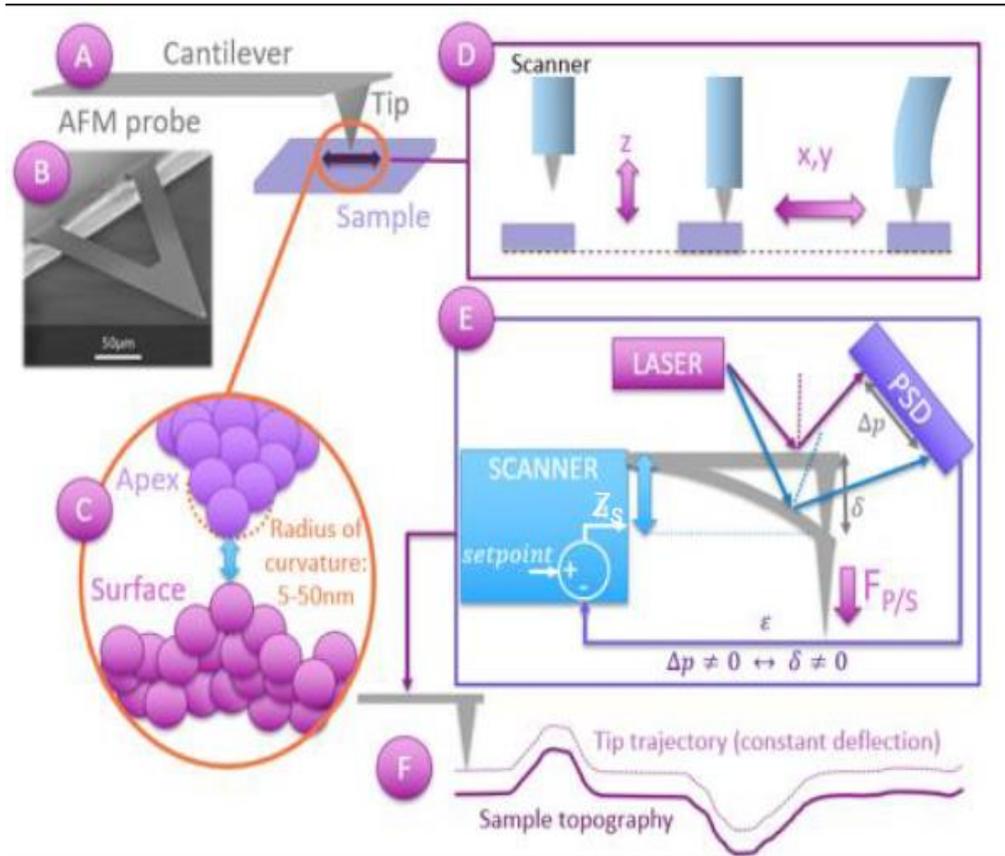
La sonde AFM (microlevier et pointe) est fixée à un scanner piézoélectrique qui permet de balayer la surface en trois dimensions avec une résolution sub-nanométrique (figure 3.16-étape D).

Un faisceau optique, sous forme d'un laser est focalisé au bout du levier au-dessus de la pointe et est réfléchi vers une photodiode (PSD).

Lors du balayage, la topographie de la surface est relevée (figure 3.16-étape F) soit en enregistrant la déformation  $\delta$  du levier (mode statique dit à altitude constante), soit en ajustant le scanner verticalement d'une variation de longueur  $Z_s$  qui maintient la force pointe-surface  $F_{P/S}$  constante (mode statique dit à force constante) grâce à un système d'asservissement de type PID (gains Proportionnel, Intégral et Dérivé).



**Figure 3. 15:** Microscopie à Force Atomique-AFM



**Figure 3. 16:** Principe du Microscopie à Force Atomique-AFM [6].

Différents modes ont été utilisés lors de l'acquisition des données :

### Mode MFM

Les informations topographiques et magnétiques sont acquises simultanément avec un décalage de hauteur pendant lequel la pointe nanométrique suit le champ magnétique (s'il existe) de la surface balayée (figure 3.17). Les décalages vont de 20 à 118nm [6].

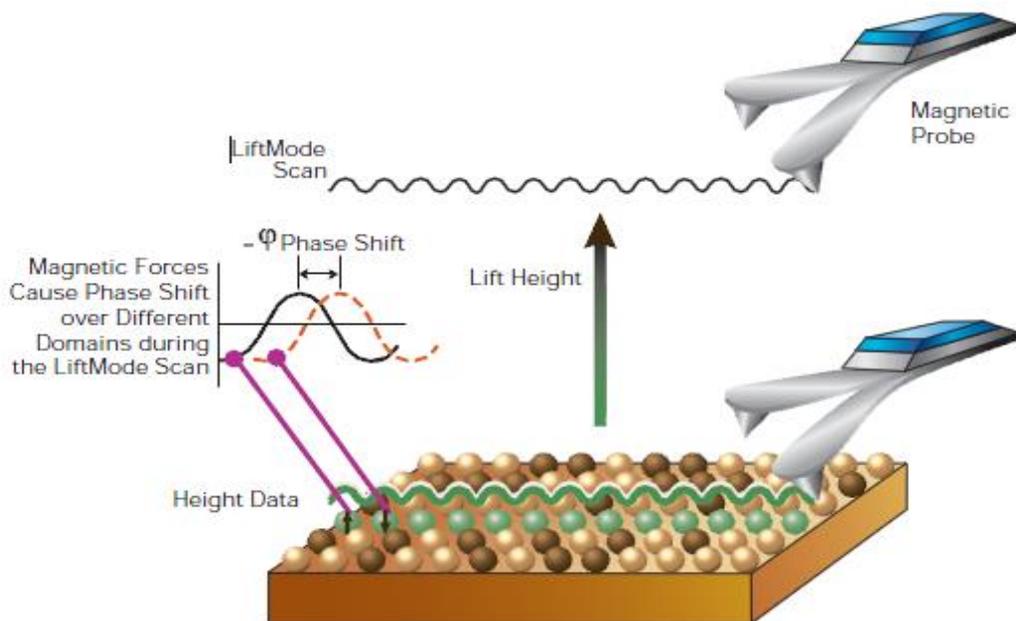
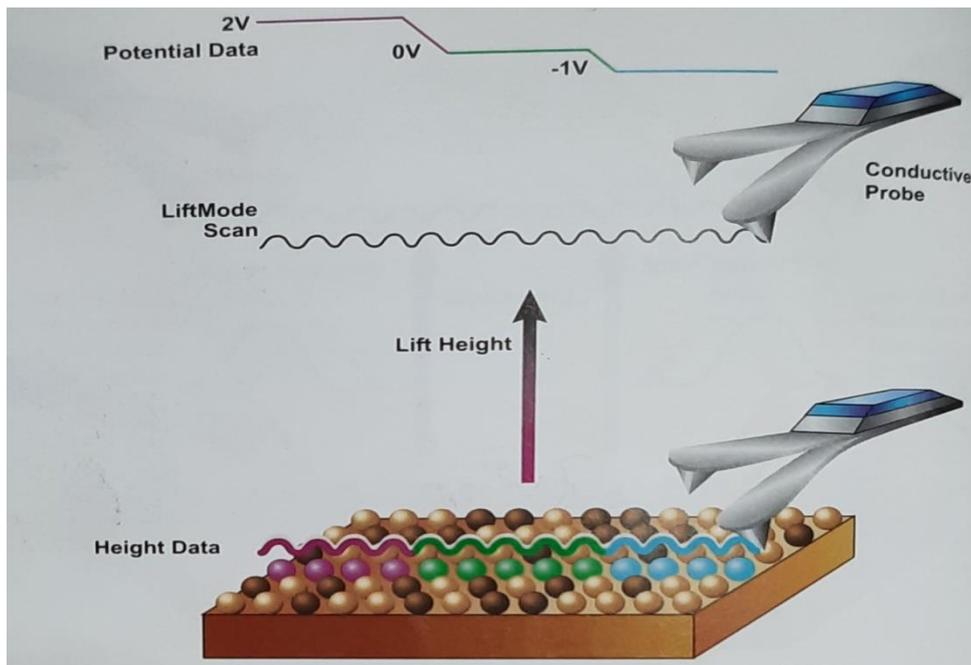


Figure 3. 17: Schéma illustrant le mode MFM [6].

### Peak force KPFM (Kelvin Probe Force Microscopy)

En mode peak-force, la sonde tape périodiquement sur l'échantillon et la force d'interaction est mesurée directement par la déflexion du cantilever. Une boucle de rétroaction permet de maintenir la force maximale à 10 pN.

La microscopie de force à sonde Kelvin (KPFM) permet de cartographier à haute résolution le potentiel de surface, c'est une technique d'analyse couramment utilisée dans la recherche sur la corrosion (figure 3.18) [7].



**Figure 3. 18:** Principe de scan en mode Peak Force KPFM Mode [7].

## Références bibliographiques

- [1] W. C. Oliver and G. M. Pharr, “An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments,” *J. Mater. Res.*, vol. 7, no. 6, pp. 1564–1583, 1992, doi: 10.1557/JMR.1992.1564.
- [2] Q. Ma and D. R. Clarke, “Size dependent hardness of silver single crystals,” *J. Mater. Res.*, vol. 10, no. 4, pp. 853–863, 1995.
- [3] A. Gouldstone, N. Chollacoop, M. Dao, J. Li, A. M. Minor, and Y.-L. Shen, “Indentation across size scales and disciplines: Recent developments in experimentation and modeling,” *Acta Mater.*, vol. 55, no. 12, pp. 4015–4039, 2007.
- [4] W. C. Oliver and G. M. Pharr, “Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology,” *J. Mater. Res.*, vol. 19, no. 1, p. 3, 2004, doi: 10.1557/jmr.2004.19.1.3.
- [5] N. Janakiraman and F. Aldinger, “Indentation analysis of elastic and plastic deformation of precursor-derived Si–C–N ceramics,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 30, no. 3, pp. 775–785, 2010.
- [6] “<https://www.bruker.com/en/products-and-solutions/microscopes/materials-afm/afm-modes/mfm.html>.” .
- [7] “<https://www.bruker.com/en/products-and-solutions/microscopes/materials-afm/afm-modes/kpfm.html>.” .

# **Chapitre IV**

## **Résultats et Interprétations**

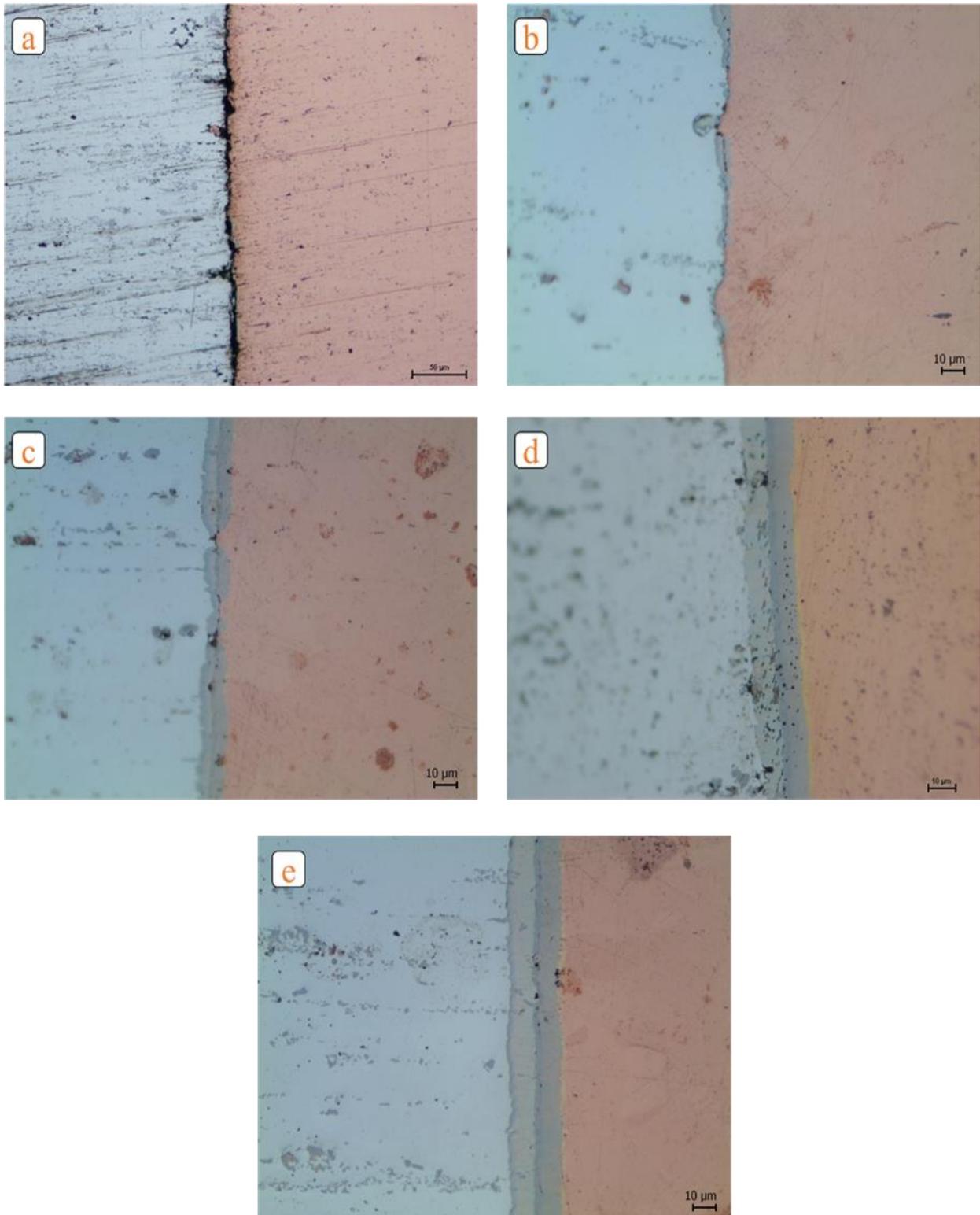
## Chapitre IV: Résultats et Interprétations

Ce chapitre regroupe les résultats expérimentaux ainsi que leurs discussions selon la méthodologie donnée dans le chapitre précédent.

### IV.1 Les évolutions microstructurales

La figure 4.1 présente les évolutions microstructurales engendrées par le soudage par diffusion réalisé à la température de 450 °C pour différents temps de maintien. On remarque qu'après 15 minutes de maintien (figure 4.1(a)), les deux métaux de base demeurent séparés bien que la température à laquelle ils sont exposés soit élevée. Ceci est bien mis en évidence par la présence d'un vide (en noir sur la figure) tout au long de l'interface. Soulignons, d'ailleurs, que pendant la découpe de cet échantillon, les deux métaux de base se sont partiellement détachés confirmant, ainsi, leur non soudabilité. Après 30 minutes de maintien (figure 4.1(b)), nous observons le début de formations d'un intermétallique au niveau de l'interface et qui apparaissent sous une forme irrégulière discontinue avec une couleur plus foncée que les deux métaux de base. Il est intéressant de souligner qu'une fois apparue, ce premier intermétallique croît à l'intérieur de l'alliage d'aluminium. Cette observation a été rapportée précédemment par Chih-Yuan [1] qui a appliqué un post-recuit à des joints Al-Cu laminés et a indiqué la formation, en premier stade, d'une solution solide saturée du côté Al à l'interface entre Al et Cu. Notons, de plus, la quasi fermeture de l'interface après ce temps de maintien. Ce qui implique que le soudage entre l'alliage d'aluminium et le cuivre a bien eu lieu. Concernant le joint maintenu pendant 60 min (figure 4.1(c)), on constate la formation d'un deuxième intermétallique parallèle au premier et qui paraît croître du côté du cuivre. Notons, en premier lieu, que l'aspect irrégulier et discontinu des intermétalliques restent caractéristiques de l'interface. Aussi, le vide séparant les deux métaux de base continue à diminuer au fur et à mesure que les intermétalliques apparaissent. Soulignons, toutefois, qu'au niveau de ces vides, l'épaisseur des intermétalliques est faible en comparaison à leur épaisseur lorsque l'interface est totalement fermée. La figure 4.1(d) du joint soudé à 450 °C pendant 120 minutes, montre l'apparition de deux nouveaux intermétalliques. Le premier, de couleur jaunâtre et partiellement discontinu, est de faible épaisseur et forme du côté du cuivre alors que le deuxième intermétallique, de couleur encore plus foncée, apparaît à l'interface entre les deux intermétalliques ayant apparus les premiers. L'aspect global de tous ces intermétalliques semble continu et relativement régulier. Après 240 minutes de maintien à 450 °C (figure 4.1(e)), la forme générale à l'interface devient encore plus régulière et continue avec une

quasi-absence de porosité. Notons, finalement, que l'épaisseur totale de l'ensemble des intermétalliques augmente au fur et à mesure que le temps de maintien augmente.



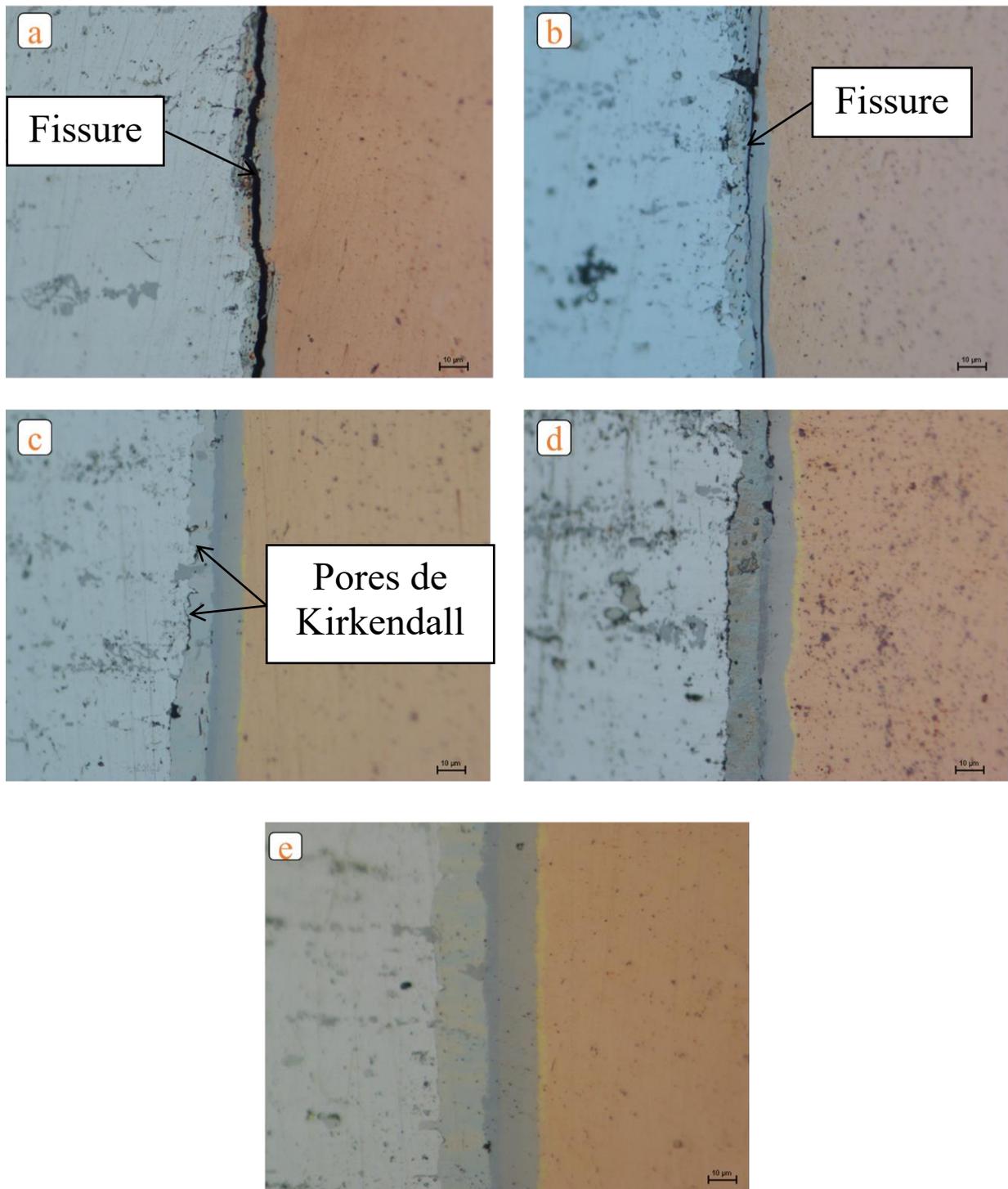
**Figure 4. 1:** Microstructures des joints soudés à 450°C :(a) 15min, (b) 30min, (c) 60min, (d) 120min et (e) 240min.

Les évolutions microstructurales présentées ci-dessus sont majoritairement gouvernées par le phénomène de diffusion au niveau de l'interface qui lui-même est très dépendant de la température et du temps. En effet, en tenant compte de l'hétérogénéité de l'assemblage sujet de notre étude, des gradients de concentration en éléments apparaissent au niveau de l'interface. Conformément aux lois de diffusion (voir chapitre II-section 1), l'exposition de l'assemblage hétérogène alliage d'Aluminium/Cuivre à des températures élevées pendant différents temps de maintien permet aux espèces chimiques de diffuser à travers l'interface. De plus, en se basant sur le diagramme d'équilibre Al-Cu (voir figure 1.1 - Chapitre I), plusieurs intermétalliques apparaissent pour des petites concentrations de Cu (miscibilité de 5.65 (wt.%) à 548°C) et à basse températures. Yuan Xiao et al. [2] ont confirmé dans leur travail dans lequel des tests mécaniques ont été réalisés sur un couple Al-Cu soudé par diffusion à 500°C, que cinq phases intermétalliques existaient au niveau de l'interface Al-Cu, les IMCs ont été identifiés comme :  $\text{Al}_2\text{Cu}$ ,  $\text{AlCu}$ ,  $\text{Al}_3\text{Cu}_4$ ,  $\text{Al}_2\text{Cu}_3$  et  $\text{Al}_4\text{Cu}_9$ . Tongmin Wang et al. [3] ont, quant à eux, identifié dans leur travail quatre zones constituées de  $\text{Al}_2\text{Cu}$ ,  $\text{AlCu}$ ,  $\text{Al}_3\text{Cu}_4$  et  $\text{Al}_2\text{Cu}_3$  qui se sont formées pendant le soudage par diffusion d'un bimétallique Al/Cu. L'identification des phases intermétalliques dans les travaux qu'on vient de citer est aussi confirmée par les travaux de Funamiza et al. [4] et celles de Kouters et al. [5].

Les microstructures des joints alliage aluminium/Cuivre obtenues après soudage à 475 °C sont regroupées dans la figure 4.2. On remarque que l'élévation de la température de soudage a réduit le temps d'incubation de l'apparition des intermétalliques. En effet, l'ensemble des intermétalliques a été formé après seulement 30 minutes de maintien (figure 4.2(b)). L'apparition de ces intermétalliques est accompagnée par la formation de microfissures qui se sont propagées tout au long de l'interface entre les intermétalliques (figure 4.2(a) et 4.2(b)). Jiangtao Xiong [6] a rapporté que chacun des joints Al-Cu soudés présente une fissure parallèle à l'interface de soudage, et que la fissure est située entre les IMCs et le Cuivre.

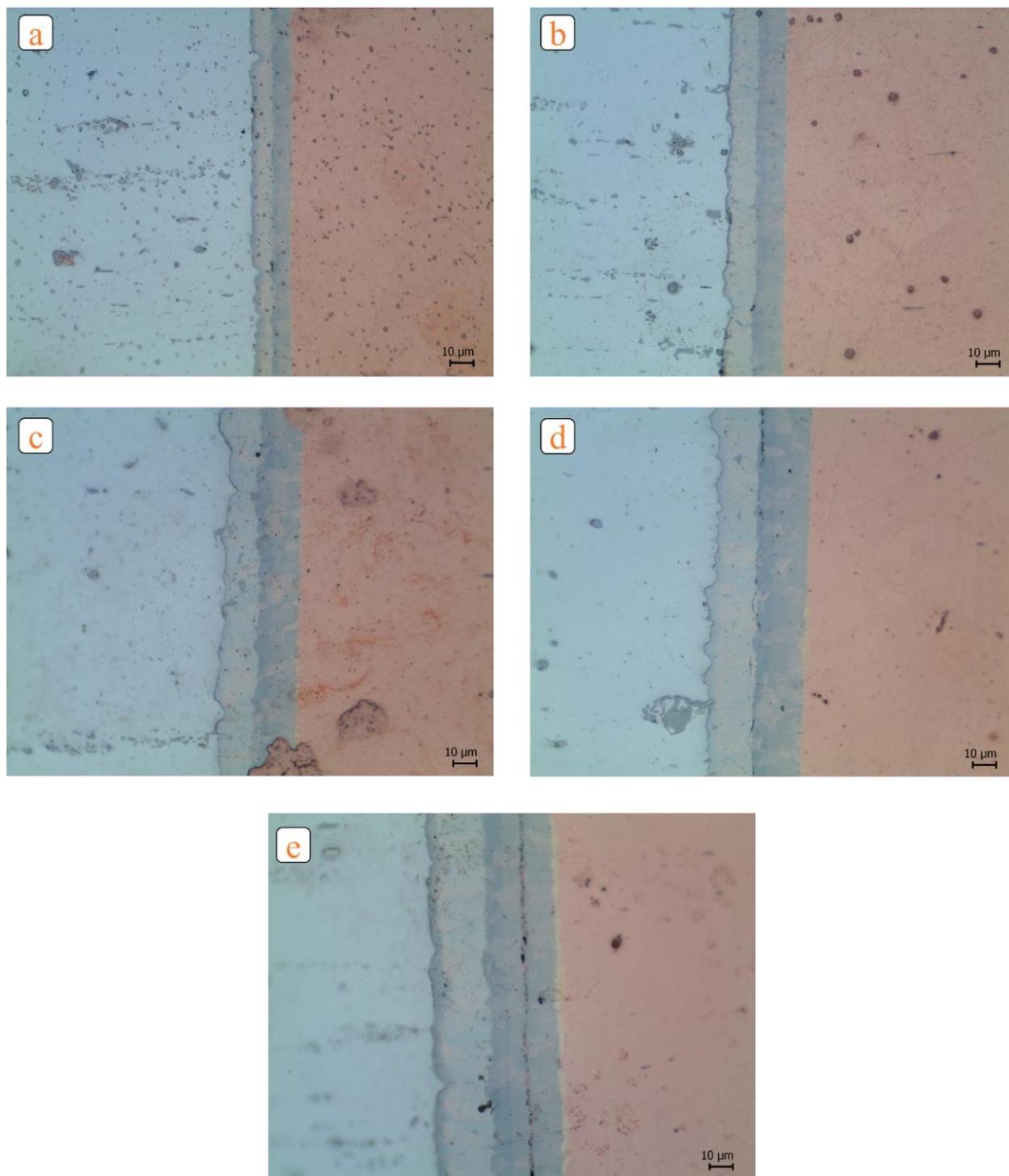
De plus, tel qu'observé dans la figure 4.2(c), des pores apparaissent au niveau de l'interface alliage d'Aluminium/intermétallique. L'origine de ce phénomène peut être expliquée en se référant à l'effet Kirkendall. En effet, L'inégalité des flux de diffusion dans un couple binaire A - B, liée à la différence des coefficients de diffusion intrinsèques des deux éléments, provoque un déplacement de matière plus important vers l'un des côtés du couple par rapport à l'interface d'origine. Il s'ensuit que le réseau qui perd le plus d'atomes devient lacunaire. Il

est bien établi aujourd'hui que l'effet Kirkendall s'accompagne aussi, sur le plan structural, d'une formation de pores, par coalescence des lacunes [7].



**Figure 4. 2:** Microstructures des joints soudés à 475°C :(a) 15min, (b) 30min, (c) 60min, (d) 120min et (e) 240min.

L'augmentation de la température de maintien jusqu'à 500 °C a réduit d'avantage le temps d'incubation pour l'apparition des intermétalliques tel qu'illustré dans la figure 4.3(a). Aussi, la forme globale de l'ensemble des intermétalliques devient, après les différentes durées de maintien à 500 °C, plus continue et plus régulière (figure 4.3(b-e)).



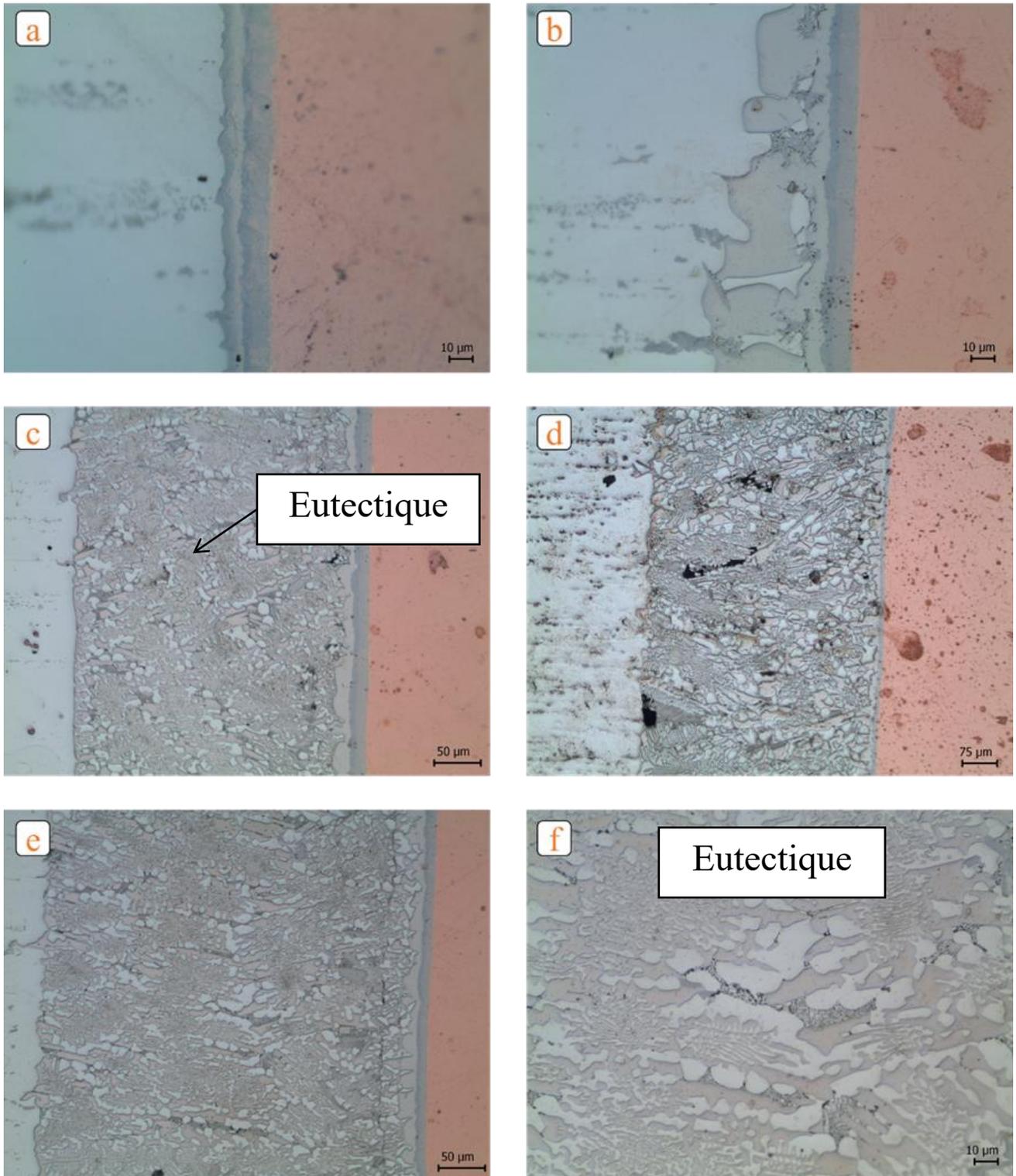
**Figure 4. 3 :** Microstructures des joints soudés à 500°C :(a) 15min, (b) 30min, (c) 60min, (d) 120min et (e) 240min.

Les microstructures des joints alliage d'Aluminium/Cuivre soudés à la température de 525 °C pendant différents maintiens sont illustrées dans les figures 4.4 (a-e). On remarque bien qu'après 15 minutes de maintien (figure 4.4(a)), l'ensemble des intermétalliques est déjà formé avec une épaisseur relativement élevée et de forme régulière continue. On note, aussi, l'absence totale de fissures et de porosités indiquant la bonne soudabilité du joint. Au niveau de l'interface du joint alliage d'Aluminium/Cuivre soudé pendant 30 minutes à la température de 525 °C (figure 4.4(b)), on note que la couche d'intermétallique extérieure du côté de l'alliage d'Aluminium a développé un aspect secondaire (attaché au premier) sous forme de plaques qui croient vers l'intérieur de la matrice d'alliage d'Aluminium. La prolongation du temps de soudage jusqu'à 60 minutes (figure 4.4(c)), a permis la formation et la croissance d'un eutectique du côté de l'alliage d'Aluminium dont la largeur est pratiquement dix fois la largeur de l'ensemble des intermétalliques. On note que cet eutectique se compose de l'intermétallique  $Al_2Cu$  (selon le diagramme d'équilibre Al-Cu) sous forme de coraux et de la phase «  $\alpha$  » d'Aluminium.

La figure 4.4(d) présente la microscopie optique du joint alliage d'Aluminium/Cuivre soudé à 525 °C pendant 120 minutes. On remarque que l'eutectique s'est élargi encore plus par effet de temps d'exposition à cette température. De plus, on remarque que les intermétalliques formés initialement ont rétréci par rapport à leur épaisseur au temps de maintien de 15 minutes. Cela peut être expliqué par l'appauvrissement de ces intermétalliques en élément de diffusion pour favoriser la formation de l'eutectique ( $\alpha$ -Al+ $Al_2Cu$ ). On souligne la présence de pores à l'intérieur de l'eutectique (en noir)

Enfin, la microstructure du joint alliage d'Aluminium/Cuivre maintenu pendant 240 minutes à la température de 525 °C est présentée dans la figure 4.4(e). L'eutectique qui s'est formé tout au long de l'interface est encore plus épais que ceux des autres joints au détriment des intermétalliques initialement formés.

La figure 4.4(f) présente l'aspect global de l'eutectique où on remarque la dispersion de l'intermétallique  $Al_2Cu$  dans la matrice  $\alpha$  de l'aluminium sous forme de coraux et de plaquettes.



**Figure 4. 4 :** Microstructures des joints soudés à 525°C :(a) 15min, (b) 30min, (c) 60min, (d) 120min, (e) 240min et (f) L'eutectique.

Pour le présent travail, l'identification des phases Intermétalliques a été effectuée par DRX et EDS tel qu'il sera repris avec plus de détails dans la section suivante.

## IV.2. Diffraction des Rayons X

Les figures 4.5 à 4.8 montrent les diffractogrammes XRD des joints soudés en alliage Al/Cu aux quatre températures étudiées dans le présent travail. Seuls les diffractogrammes obtenus à partir des états, initial (15 min) et final (240 min) de soudage par diffusion ont été choisis.

Pour la température de 450°C (figure 4.5), et un temps de maintien de 15 min, seuls les pics de trois phases ont été révélés, à savoir l'aluminium et le cuivre qui sont les phases des métaux de base ainsi que l' $\text{Al}_2\text{Cu}$  qui coexiste dans l'Al sous forme de précipité dans la matrice d'aluminium.

D'autres pics faibles apparaissent dans le diffractogramme de rayons X en augmentant le temps de soudage à 240 min. Ces pics correspondent aux phases suivantes :  $\text{Al}_3\text{Cu}_4$ , AlCu,  $\text{Al}_2\text{Cu}$ ,  $\text{Al}_2\text{Cu}_3$  et  $\text{Al}_4\text{Cu}_9$ . On note enfin l'apparition d'un seul pic pour chaque phase.

Pour le joint soudé à 475°C pendant 15min (figure 4.6), on note qu'en plus des pics des métaux de base, seulement un pic de l' $\text{Al}_4\text{Cu}_9$  et un autre de l'AlCu sont révélés. Ceci peut être dû aux faibles épaisseurs des IMCs, l'intensité du diffractogramme étant relativement faible.

En passant de 15min à 240min, les pics de l' $\text{Al}_2\text{Cu}$  augmentent en intensité, les phases AlCu,  $\text{Al}_2\text{Cu}_3$  et  $\text{Al}_4\text{Cu}_9$  sont devenues plus détectables. L' $\text{Al}_3\text{Cu}_4$  reste, quant à lui, faiblement détecté vis-à-vis des autres phases intermétalliques.

Il convient de noter que lorsque les échantillons ont été maintenus à 500 °C pendant 15 min (figure 4.7), les pics des phases intermétalliques restent faiblement détectables par rayons X et seuls ceux des phases AlCu et  $\text{Al}_3\text{Cu}_4$  ont été détectés.

Cependant, lorsque le temps de maintien est de 240 min, les pics des différentes phases intermétalliques sont plus intenses et plus nombreux, ce qui confirme la formation de ces phases IMCs à l'interface alliage Al/Cu observée en microscopie optique.

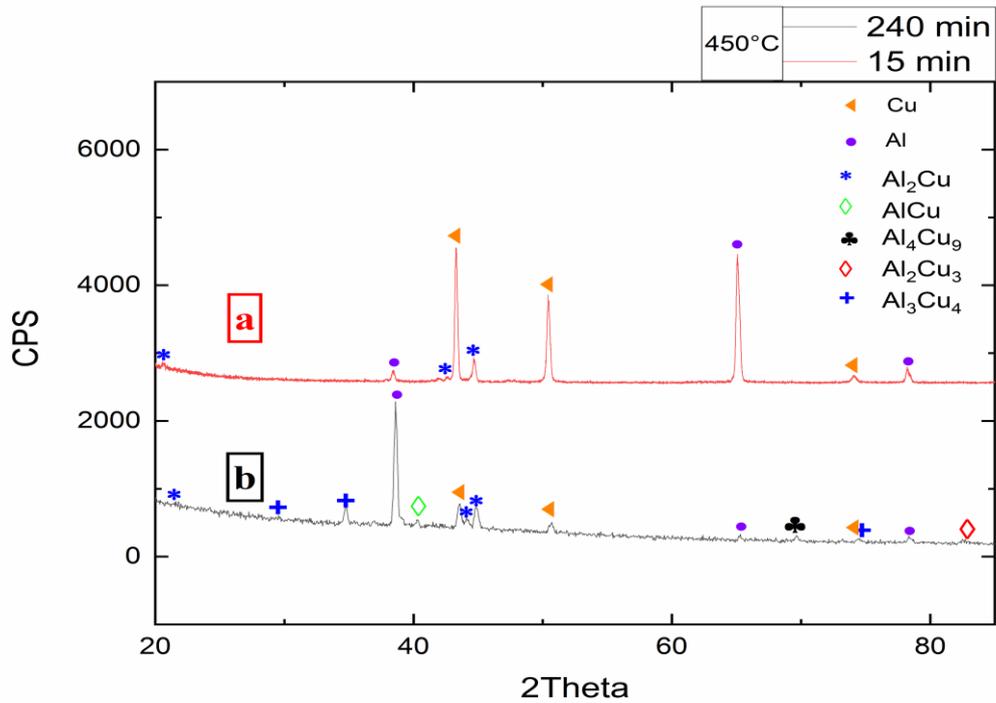


Figure 4. 5 : Diffractogrammes des joints soudés à 450°C pendant : (a) 15min, (b) 240min.

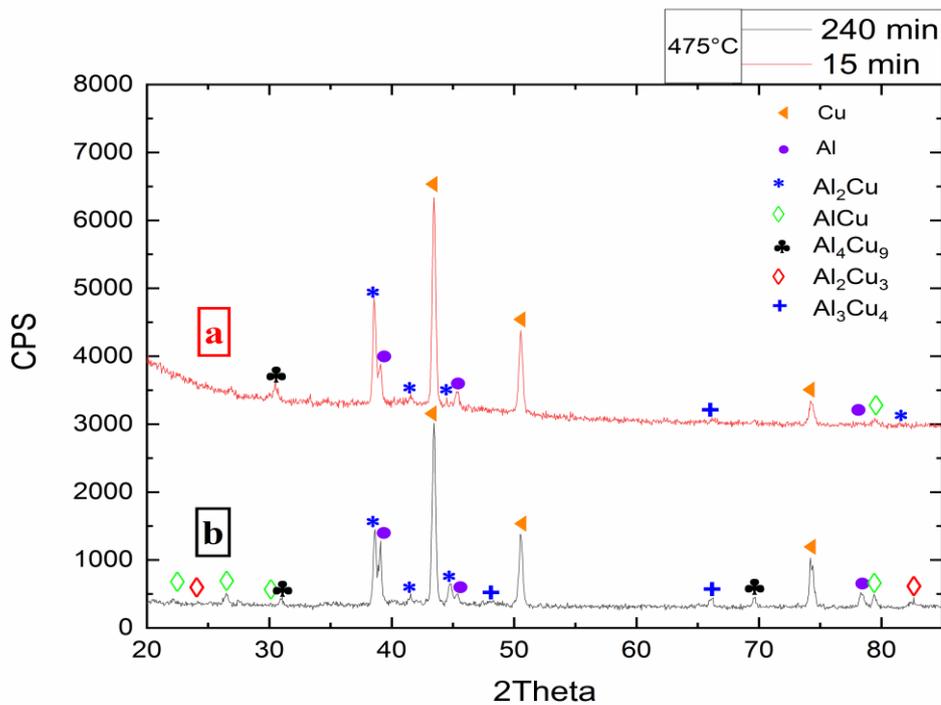
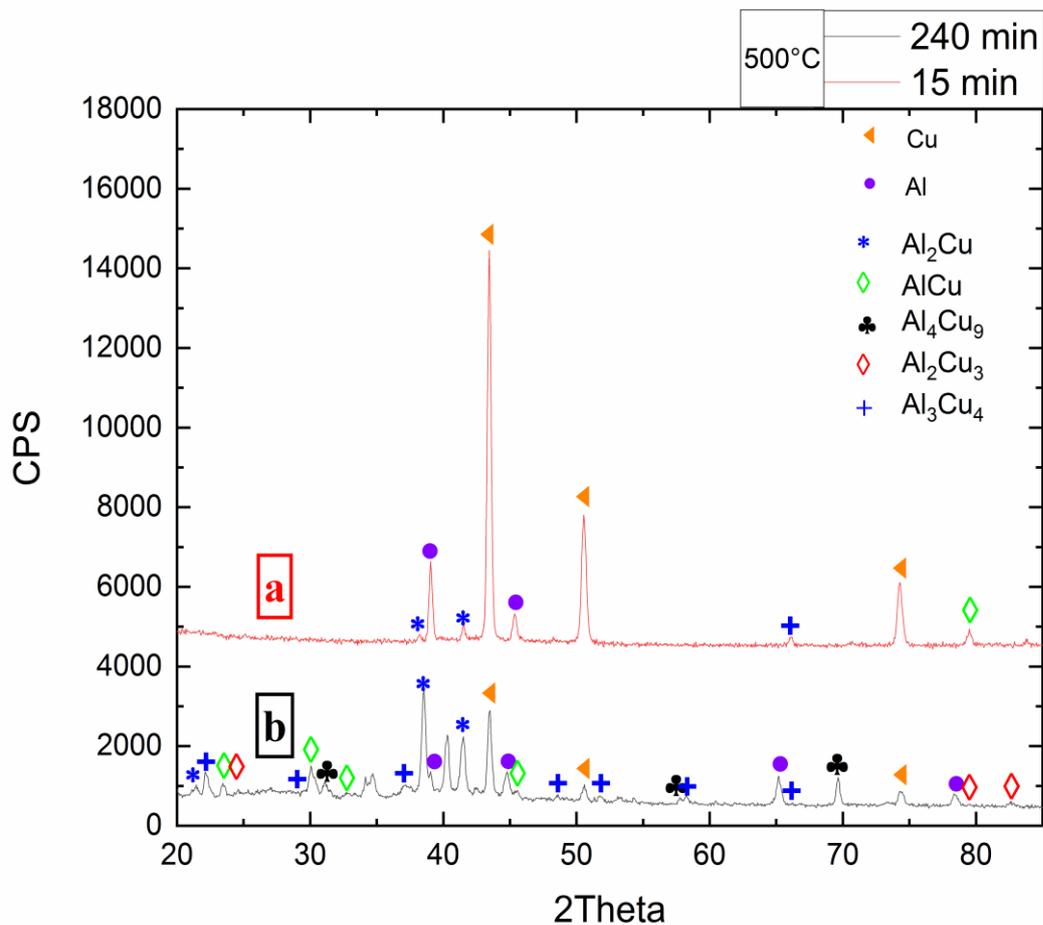
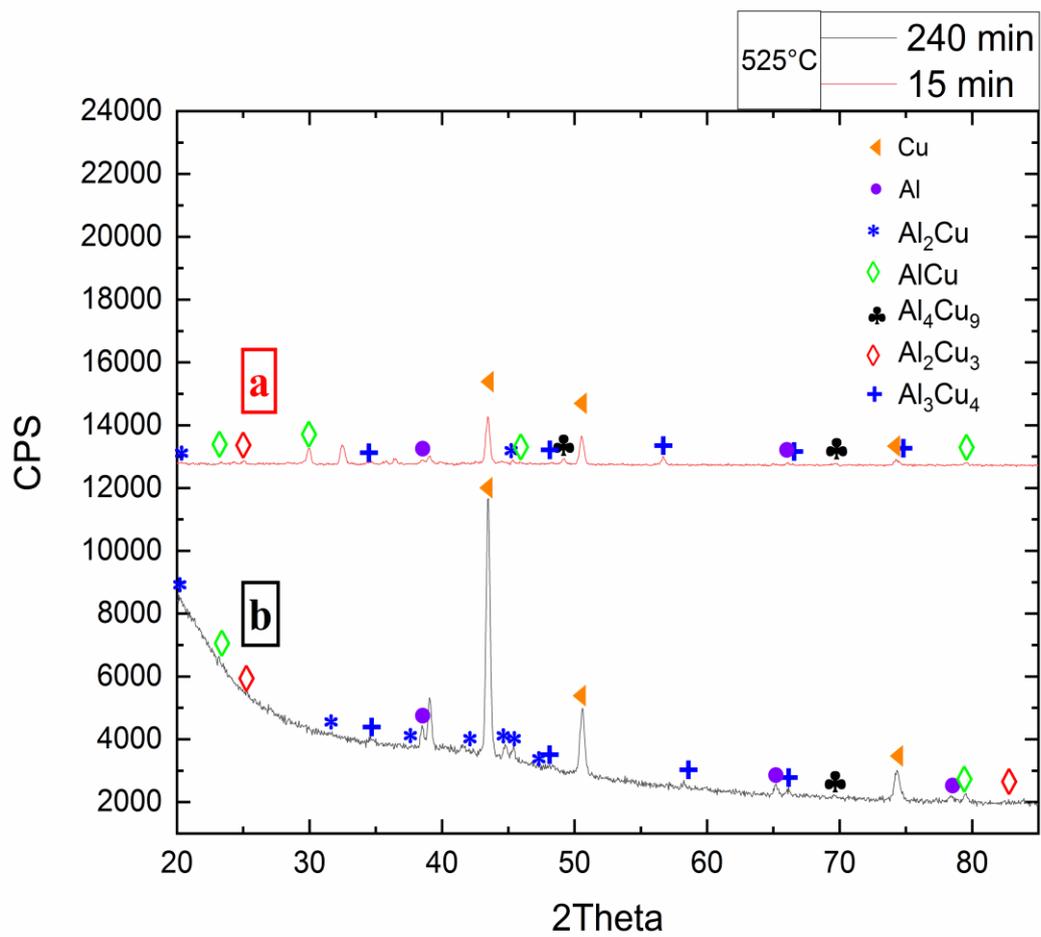


Figure 4. 6 : Diffractogrammes des joints soudés à 475°C pendant : (a) 15min, (b) 240min.

Pour la température de maintien la plus élevée (525 °C) (figure 4.8) et malgré le court temps de maintien de 15 min, les pics des cinq phases intermétalliques formées ont été bien détectés. On constate que l'augmentation du temps de maintien à 240 min conduit à une diminution de l'intensité des pics, sauf pour la phase  $\text{Al}_2\text{Cu}$ . Ceci pourrait s'expliquer en considérant qu'à ces conditions de température et de temps, la réaction dominante est le retrait des IMCs à l'interface, ce qui favorise l'apparition de la phase eutectique  $\text{Al} + \text{Al}_2\text{Cu}$ . Il est important de mentionner que la variation des intensités des pics détectés peut être aussi attribuée à la présence d'une texture cristallographique.



**Figure 4. 7 :** Diffractogrammes des joints soudés à 500°C pendant : (a) 15min, (b) 240min.

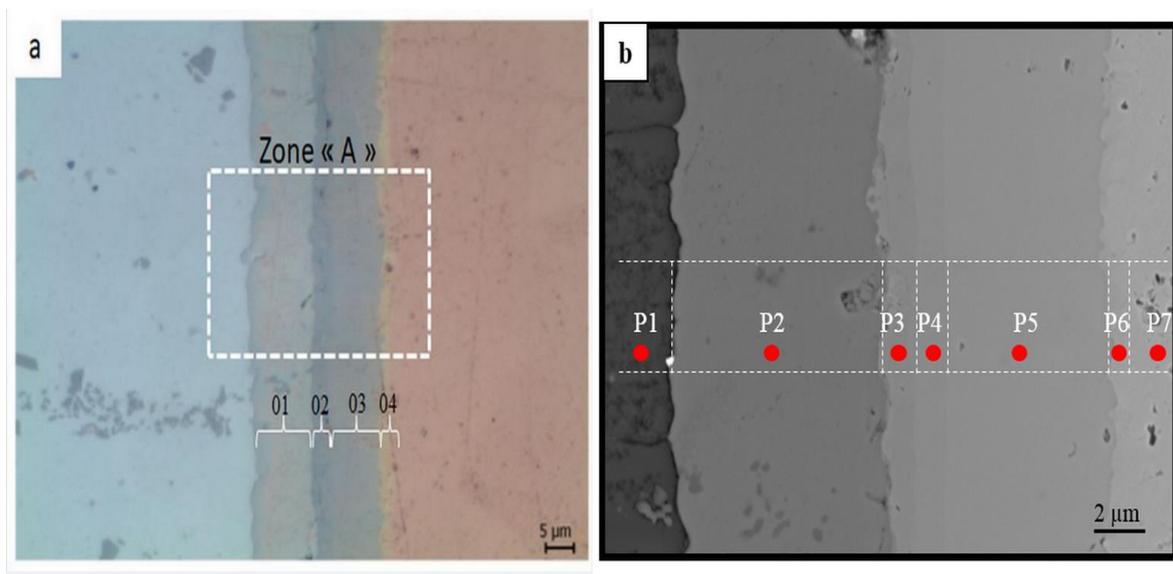


**Figure 4. 8** : Diffractogrammes des joints soudés à 525°C pendant : (a) 15min, (b) 240min.

### IV.3. Microscopie électronique à Balayage-MEB

Une analyse EDS a été réalisée pour étudier la composition exacte de chaque couche intermétallique. Pour cela, nous avons analysé la microstructure à l'interface du joint alliage d'Al/Cu soudé à 450°C pendant 240 minutes (figure 4.9).

On remarque sur la figure 4.9(a) que quatre phases distinctes se sont formées entre l'alliage Al et le Cu. Ces phases sont en sandwich et parallèles à l'interface avec des épaisseurs différentes comme indiqué par (1), (2), (3) et (4). Les trois premières phases ont un contraste gris différent entre le côté alliage d'Aluminium et le côté cuivre, tandis que la quatrième présente une couleur jaunâtre.



**Figure 4. 9 :** (a) Micrographie, (b) Image BSE du joint alliage d'Al/Cu soudé à 450°C pendant 240min.

#### 3.1.1

Afin d'obtenir plus de détails sur l'interface alliage d'aluminium/Cu, l'image BSE (Back Scattered Electrons) de l'interface a été utilisée (figure 4.9(b)). Cinq régions avec un contraste relatif en nuances de gris est observé à l'interface alliage Al/Cu, comme mentionné par Galvão et Wang [8], [9]. Cette conclusion est basée sur le contraste relatif, qui à son tour, est lié au taux relatifs de cuivre et d'aluminium dans les phases intermétalliques. La région (2) de la figure 4.9(a) est en effet composée de deux phases différentes, comme le confirme la figure 8.b. Malgré la bonne résolution de l'image MEB, la région (4) précédemment observée au microscope optique, est presque indétectable. Il est intéressant de noter que sept points ont été

choisis pour réaliser une analyse chimique locale. Les résultats de l'analyse EDS (Tableau 4.1) ont montré que cinq phases intermétalliques sont détectées en allant du côté de l'alliage d'Al vers côté du cuivre que sont :  $\text{Al}_2\text{Cu}$ ,  $\text{AlCu}$ ,  $\text{Al}_3\text{Cu}_4$ ,  $\text{Al}_2\text{Cu}_3$  et  $\text{Al}_4\text{Cu}_9$ . Ce dernier résultat est en bon accord avec une étude précédente rapportée par Bergmann [10].

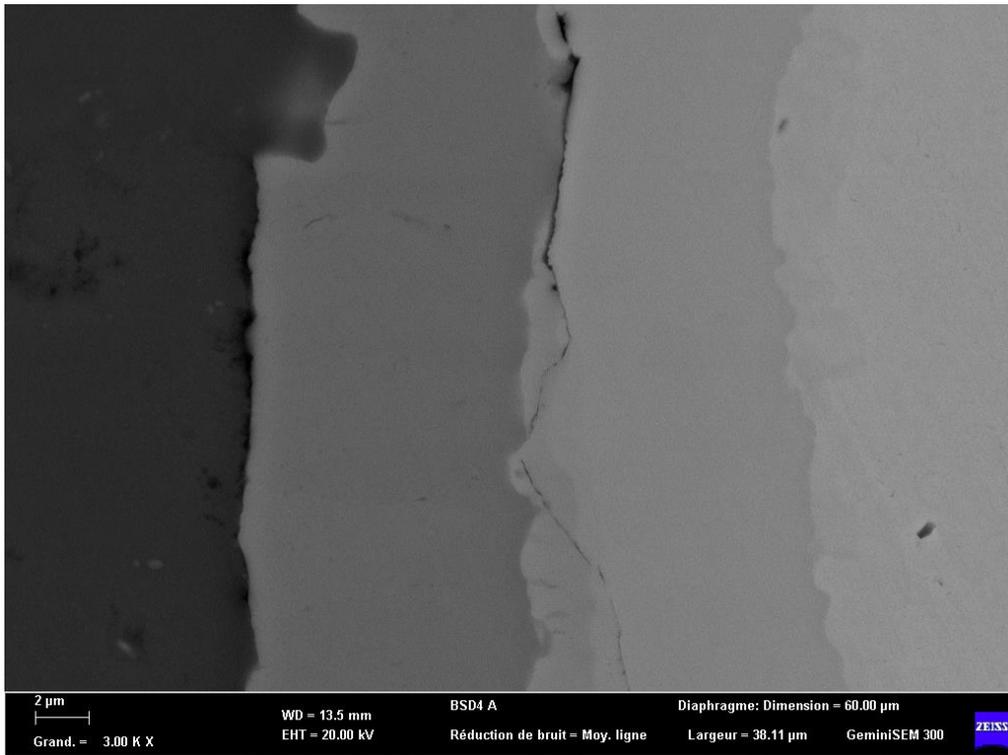
3.1.2 **Tableau 4. 1** : Analyse EDS ponctuel des différentes régions présentées en figure 4.9(b).

position	Atomic fraction %		Possible phase
	Al	Cu	
P1	97.91	2.09	Al
P2	66.62	33.38	$\text{Al}_2\text{Cu}$
P3	49.01	50.99	$\text{AlCu}$
P4	43.94	56.06	$\text{Al}_3\text{Cu}_4$
P5	39.76	60.24	$\text{Al}_2\text{Cu}_3$
P6	28.91	71.09	$\text{Al}_4\text{Cu}_9$
P7	0.35	99.65	Cu

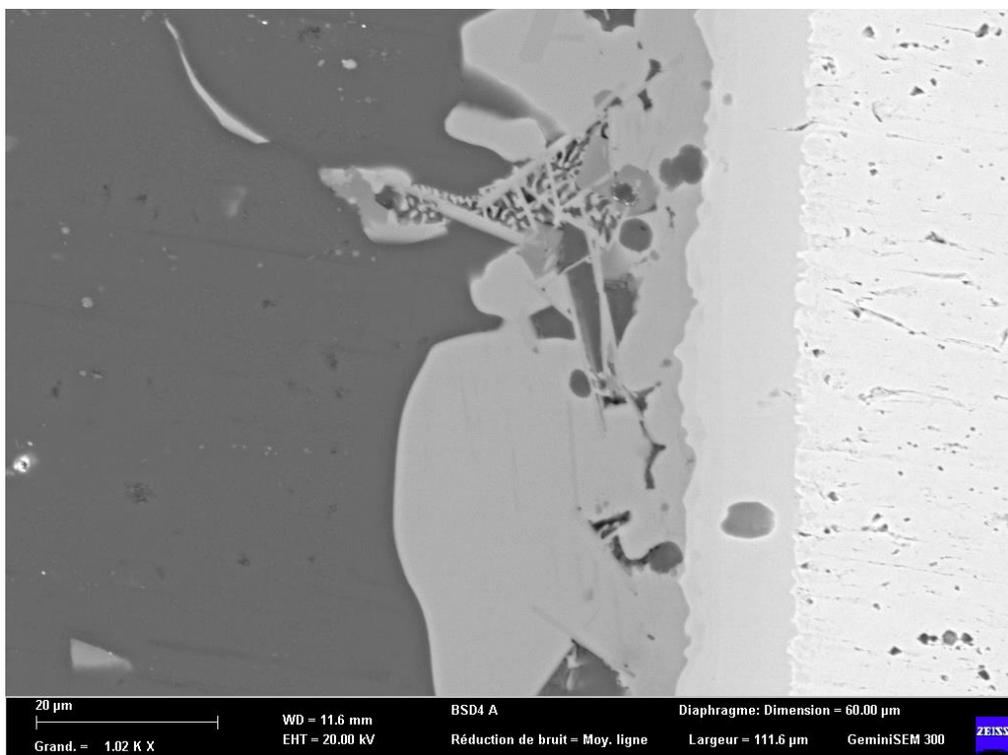
La figure 4.10 montre l'image MEB en électrons rétrodiffusés du joint alliage d'Aluminium-Cuivre soudés à  $475^\circ\text{C}$  pendant 120 minutes. Les différentes phases intermétalliques sont formées tout au long de l'interface. On remarque la présence d'une fissure qui a commencé entre les deux intermétalliques  $\text{Al}_2\text{Cu}$  et  $\text{Al}_2\text{Cu}_3$ , et qui a traversé les intermétalliques  $\text{AlCu}$  et  $\text{Al}_3\text{Cu}_4$ . Une telle fissure traversante peut facilement altérer la qualité de la jonction sous l'effet d'une contrainte mécanique aussi faible soit-elle.

La microstructure à l'interface du joint alliage d'Aluminium-Cuivre assemblé à  $525^\circ\text{C}$  pendant 30min est illustrée dans la figure 4.11. On remarque bien qu'à cette température,

l'interface commence à développer un eutectique du côté de l'alliage d'Aluminium et que la couche  $Al_2Cu$  s'étend sous forme de plaquettes larges.

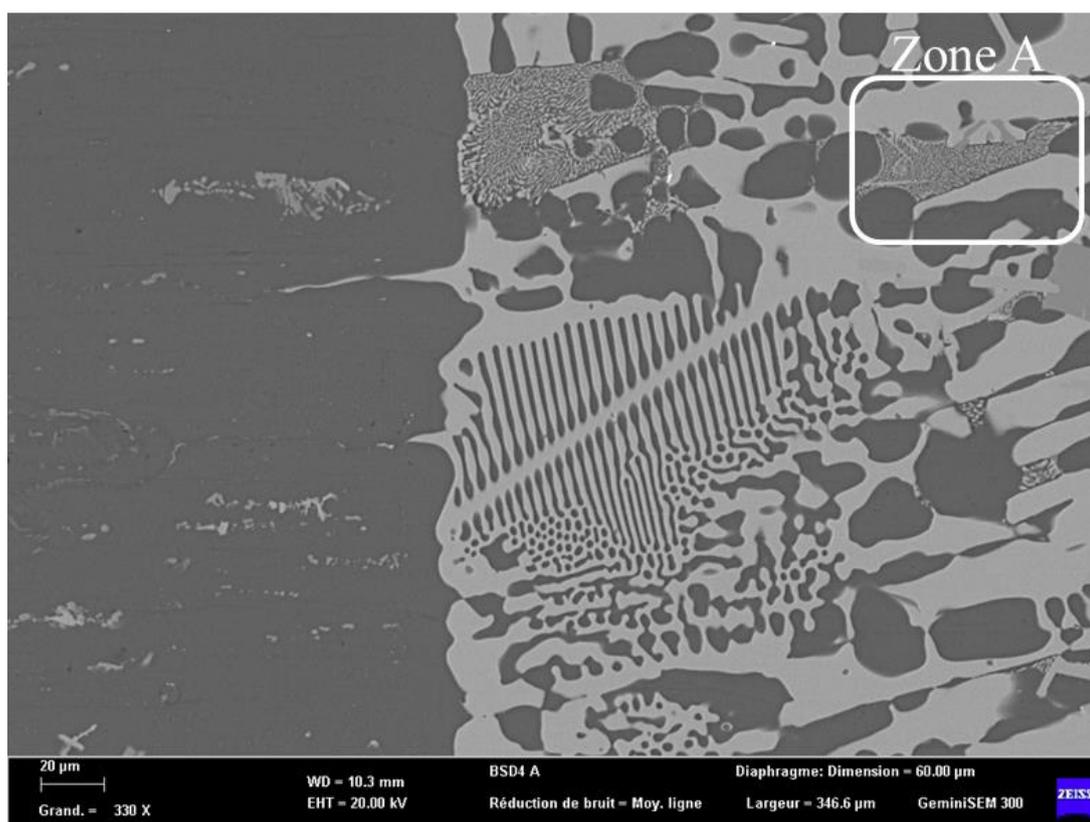


**Figure 4. 10 :** Image MEB du joint soudé à 475°C pendant 120min.



**Figure 4. 11 :** Image MEB du joint soudé à 525°C pendant 30min.

L'image BSE de la figure 4.12 montre la croissance de l'eutectique «  $\text{Al}_2\text{Cu} + \alpha$  » d'Aluminium » dans la matrice d'alliage d'Aluminium. L'eutectique est caractérisé par des coraux de différentes formes, différentes tailles et plusieurs orientations. Un plus grand agrandissement de la zone A de la figure 4.12 permet une description plus détaillée de cette dernière (figure 4.13). En effet, on peut observer qu'en plus de l'intermétallique  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , on remarque la présence de particules libellées « 1 » allongées avec un aspect irrégulier exhibant un niveau de gris intermédiaire entre la matrice et l'intermétallique  $\text{Al}_2\text{Cu}$ . Ces particules apparaissent au niveau de l'interface  $\text{Al}_2\text{Cu}$ /eutectique et croient à l'intérieur du  $\text{Al}_2\text{Cu}$  sans pour autant traverser l'intégralité de l'épaisseur de ce dernier. On remarque aussi que l'interface où s'arrête la croissance de ces particules présente un aspect relativement plat avec une mobilité potentiellement réduite. De plus, nous constatons la présence d'autres particules libellées « 2 » sous forme de bâtonnets fins et quasi parallèles.



**Figure 4. 12 :** Image MEB du joint soudé à 525°C pendant 120min (interface Al/Eutectique).

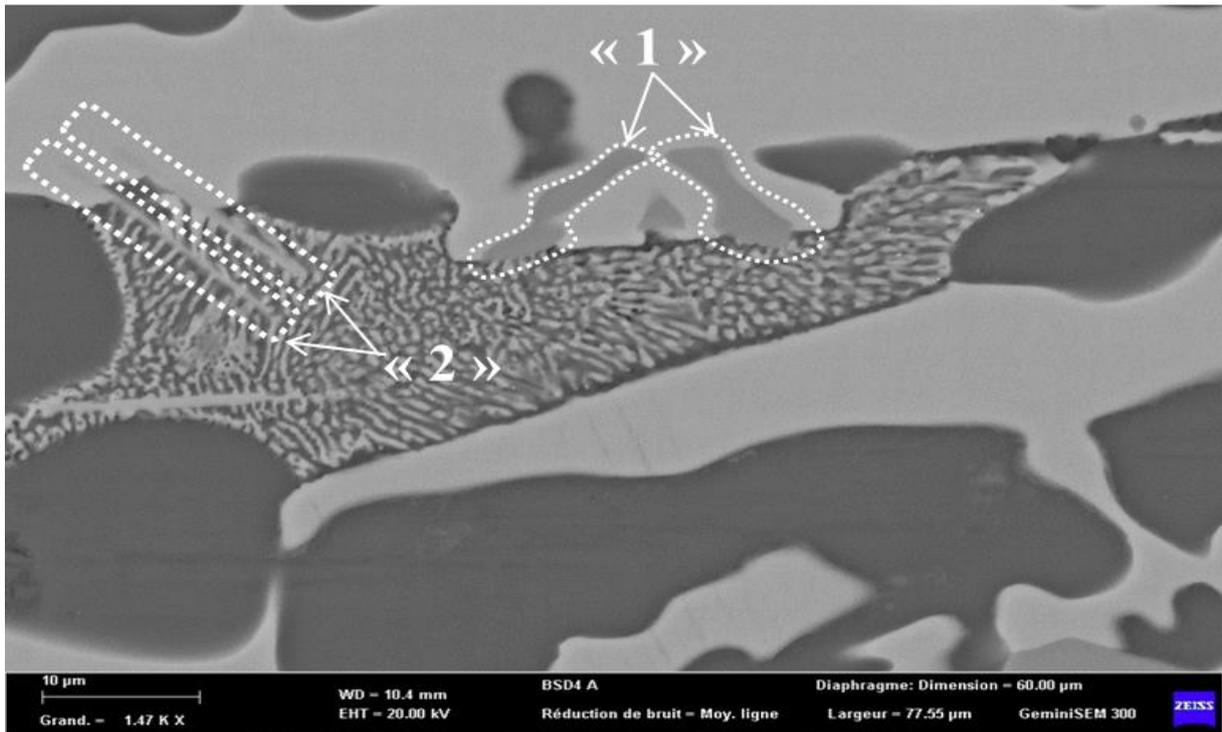


Figure 4. 13 : Agrandissement de la zone A en figure 4.12

#### IV.4. Cinétique de croissance des IMCs

Afin d'évaluer l'effet de la température et du temps de séjour sur l'évolution de la couche de diffusion, les épaisseurs relatives des IMCs ont été calculées en divisant l'épaisseur des IMCs par l'épaisseur totale de la couche de diffusion. On constate que l'augmentation du temps de maintien semble favoriser l'expansion de  $Al_3Cu_4$  et  $Al_4Cu_9$  au détriment de  $Al_2Cu_3$ ,  $AlCu$  et  $Al_2Cu$ . Comme mentionné par Chen and Hwang [1], les épaisseurs des phases  $AlCu$  et  $Al_3Cu_4$  ont été mesurées ensemble en raison de la difficulté de différencier ces deux phases à basse température ( $450^\circ C$ ). Cependant, une température plus élevée favorise la croissance des intermétalliques  $Al_2Cu$  et  $Al_2Cu_3$  au détriment du reste des IMCs. Cela suggère que le temps de séjour et la température contribuent à la cinétique de croissance des IMCs, bien que seule la température ait un effet plus important sur leur formation.

Sur la base de la théorie classique de cinétique, la relation mathématique entre l'épaisseur de la couche développée ( $y$ ) et le temps ( $t$ ) à une température donnée peut être exprimée par l'équation suivante rapportée par wang [9] :

$$y = kt^n$$

où ( $k$ ) est la constante de vitesse de croissance et ( $n$ ) est l'exposant de temps ( $t$ ).

On obtient une croissance linéaire dans le cas où la vitesse de croissance est limitée par la réaction à l'interface (mobilité de l'interface). Cependant, une croissance parabolique est attendue lorsque le processus de croissance est contrôlé par la diffusion volumique.

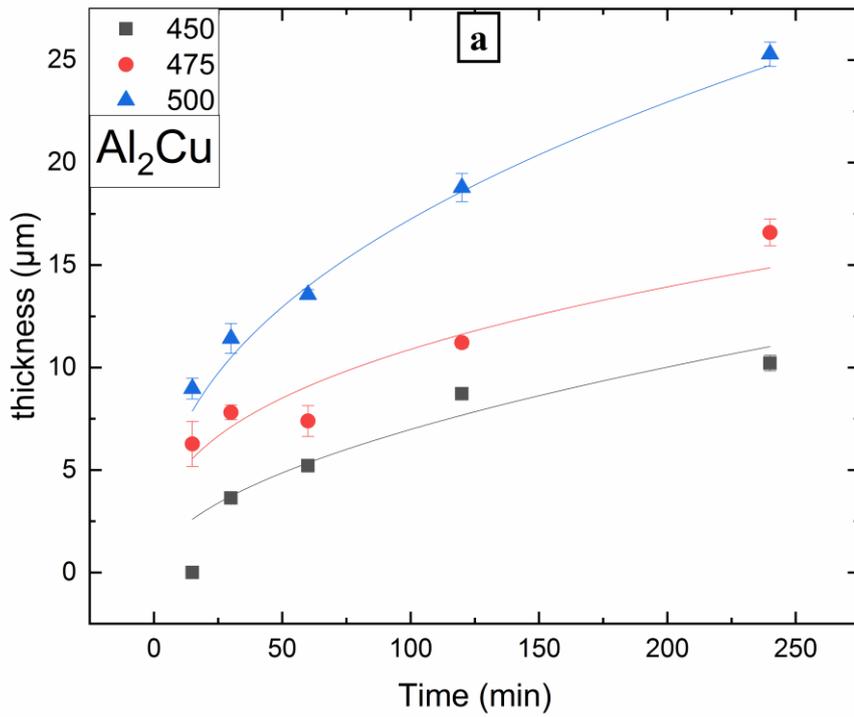
Les épaisseurs moyennes des couches intermétalliques observées dans le joint alliage Al/Cu sont représentées dans les figures 4.14-17. On remarque que les différentes courbes présentent une forme parabolique, ce qui suggère que leur croissance est potentiellement contrôlée par la diffusion volumique.

La constante de vitesse de croissance a été calculée (pour chaque température) à partir des courbes  $\ln(y) = f(\ln(t))$  en utilisant l'analyse de régression linéaire de cette dernière courbe [9]. En effet,  $n$  représente la pente de la courbe tandis que  $k$  est calculé à partir de l'intersection de cette courbe avec l'axe des ordonnées.

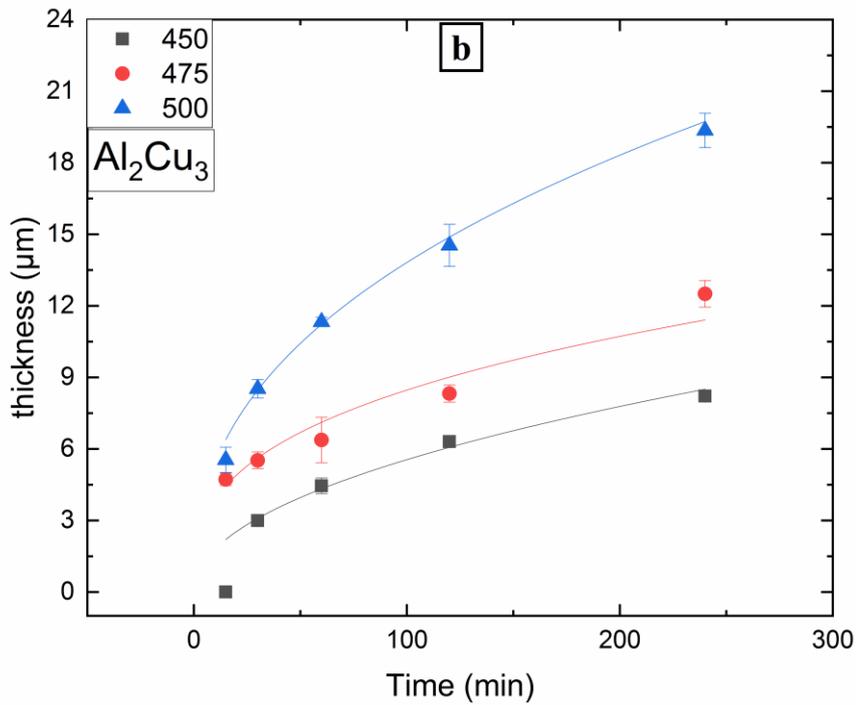
Une équation d'Arrhenius simple a été appliquée pour déterminer les énergies d'activation de la croissance des composés intermétalliques [11]:

$$k = k_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$$

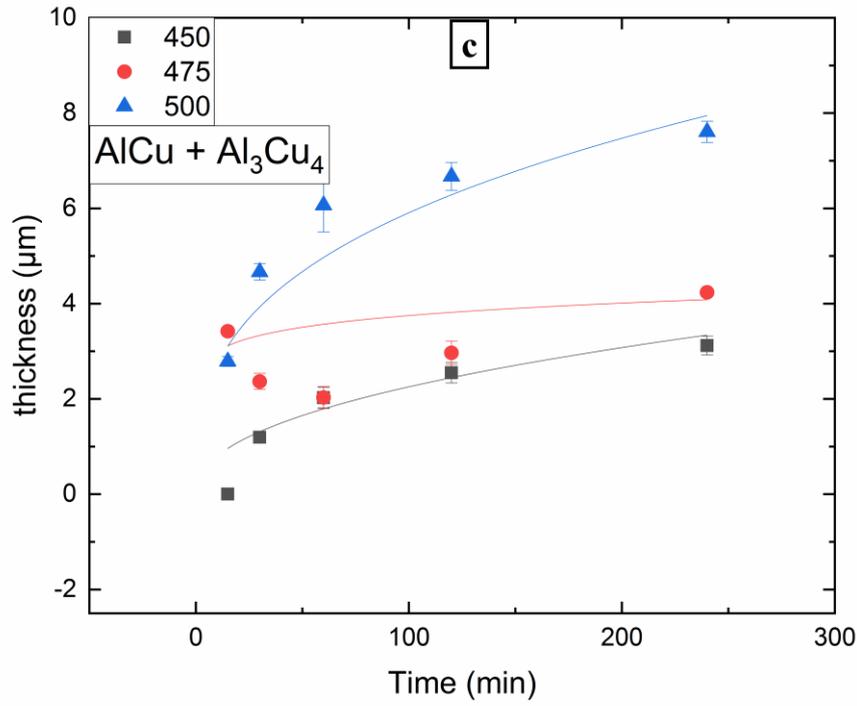
où ( $k_0$ ) est le facteur de fréquence, ( $Q$ ) est l'énergie d'activation, ( $R$ ) est la constante de gaz (8.314 J/mol.K) et ( $T$ ) est la température de soudage. Les figures 4.18-21 présentent les courbes logarithmiques de népérien de  $k$  ( $\ln k$ ) en fonction de la réciproque de  $T$  ( $1/T$ ) pour la croissance des couches intermétalliques  $Al_2Cu$ ,  $AlCu+Al_3Cu_4$ ,  $Al_2Cu_3$  et  $Al_4Cu_9$ .



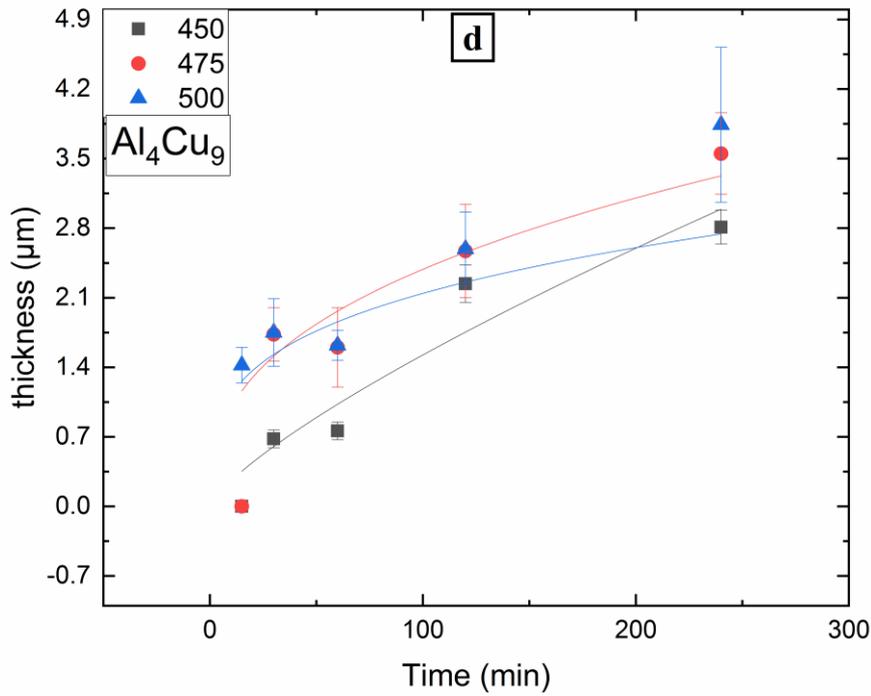
**Figure 4. 14 :** Variation de l'épaisseur de l'intermétallique  $\text{Al}_2\text{Cu}$ .



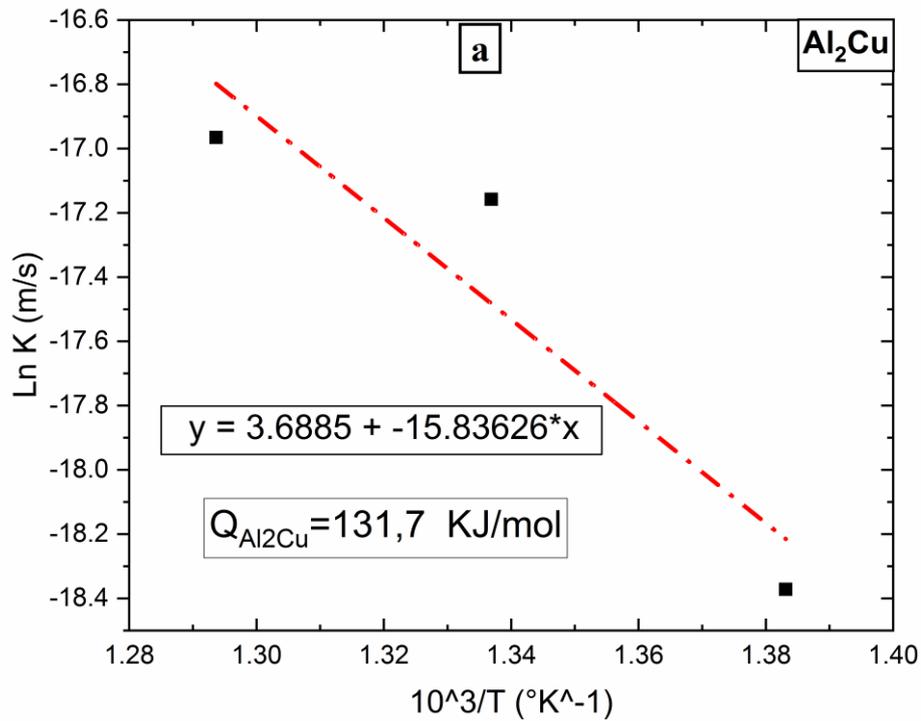
**Figure 4. 15 :** Variation de l'épaisseur de l'intermétallique  $\text{Al}_2\text{Cu}_3$ .



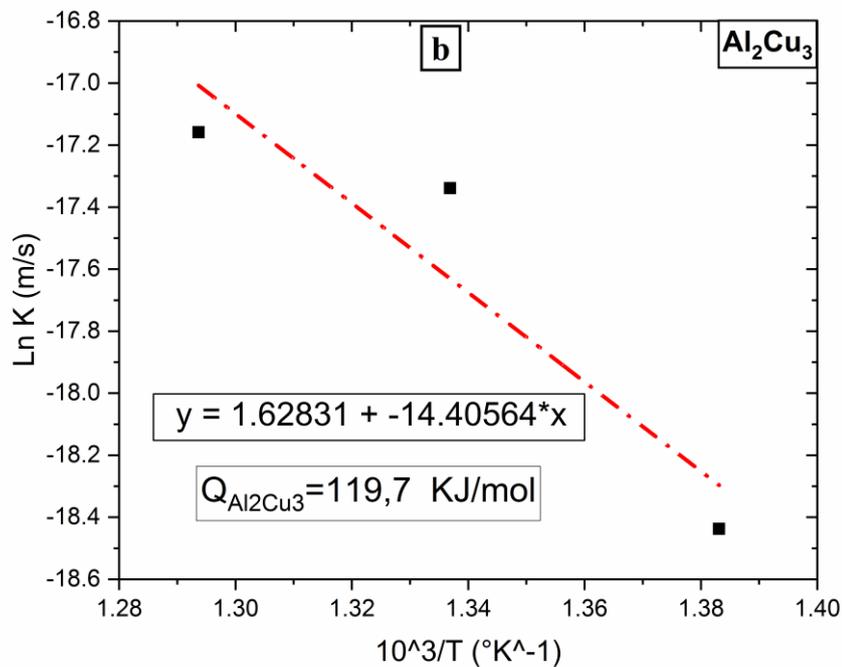
**Figure 4. 16 :** Variation de l'épaisseur des intermétalliques AlCu+Al<sub>3</sub>Cu<sub>4</sub>.



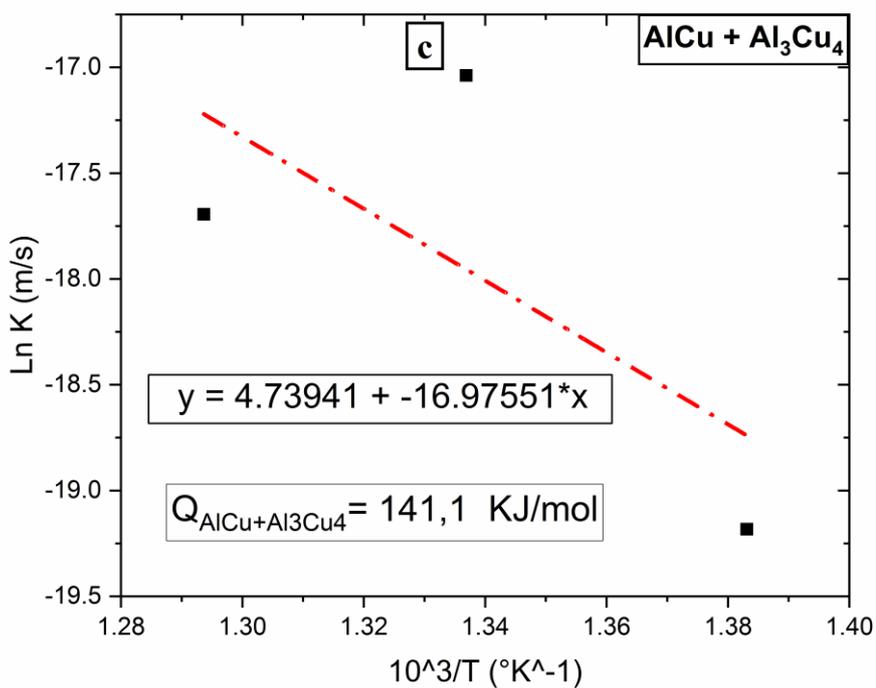
**Figure 4. 17 :** Variation de l'épaisseur des intermétalliques Al<sub>4</sub>Cu<sub>9</sub>.



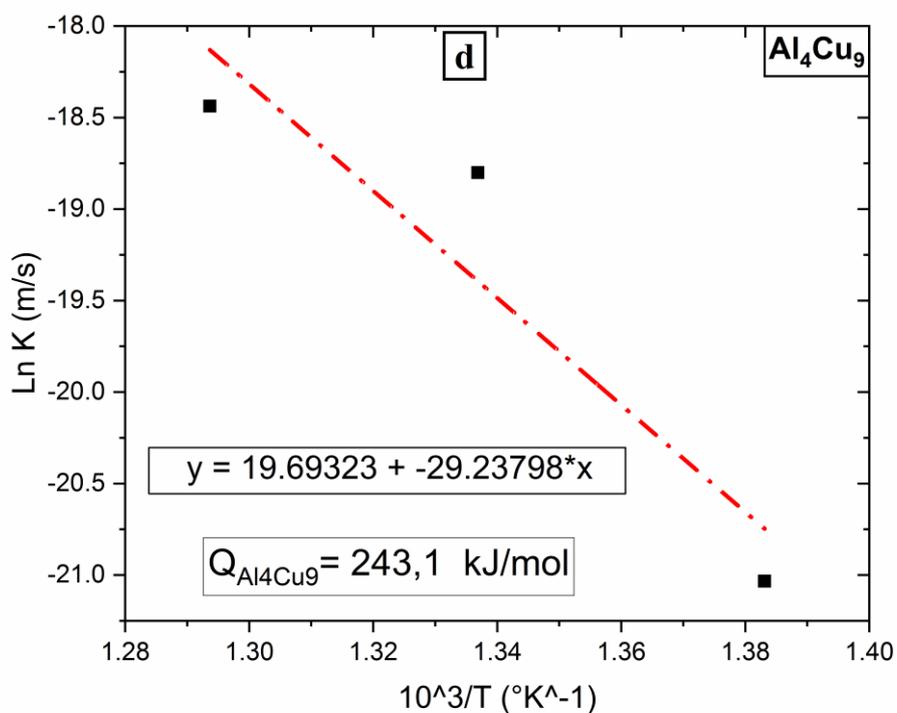
**Figure 4. 18 :** Logarithme népérien (Ln (k)) en fonction de la réciproque (1/T) pour l'intermétallique Al<sub>2</sub>Cu.



**Figure 4. 19 :** Logarithme népérien (Ln (k)) en fonction de la réciproque (1/T) pour l'intermétallique Al<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>.



**Figure 4. 20 :** Logarithme népérien ( $\ln(k)$ ) en fonction de la réciproque ( $1/T$ ) pour les intermétalliques  $\text{AlCu} + \text{Al}_3\text{Cu}_4$ .



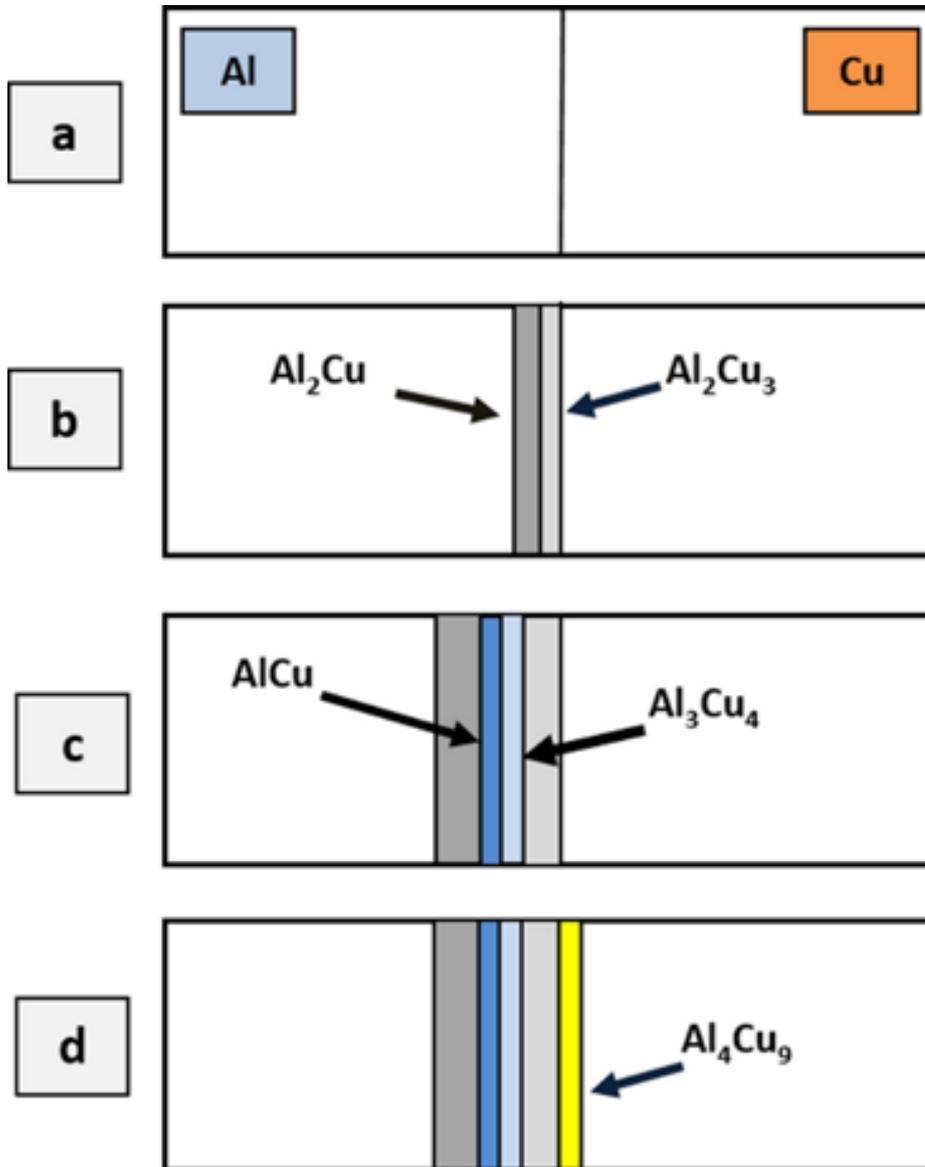
**Figure 4. 21 :** Logarithme népérien ( $\ln(k)$ ) en fonction de la réciproque ( $1/T$ ) pour l'intermétallique  $\text{Al}_4\text{Cu}_9$ .

On remarque au Tableau 4.2 qu'on obtient une valeur quasi unique de  $n$  pour toutes les phases IMC étudiées ( $n = 0,43$ ). Selon Gil [11],  $n < 0,5$  correspond à une croissance normale. Par ailleurs, la valeur la plus élevée de  $k$  est enregistrée pour la phase  $Al_2Cu$  alors que la plus faible est obtenue pour la phase  $Al_4Cu_9$ . D'autre part, les valeurs de  $Q$  des phases  $Al_2Cu$ ,  $Al_2Cu_3$  et  $AlCu+Al_3Cu_4$  sont proches de l'énergie d'activation de la diffusion de Cu dans Al à l'exception de  $Al_4Cu_9$ , qui présente la plus grande valeur de  $Q$ . Ceci pourrait s'expliquer en considérant que la formation de cette phase est gouvernée par la diffusion des atomes d'Al et de Cu à travers l'interface.

**Tableau 4. 2 :** Paramètres thermocinétique calculés.

Phases IMCs	$n$	$k (s^{-1})$	$Q(kJ/mol)$
<b>Al<sub>2</sub>Cu</b>	0.45	2.34	131.7
<b>Al<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub></b>	0.41	1.94	119.7
<b>AlCu+Al<sub>3</sub>Cu<sub>4</sub></b>	0.4	1.81	141.1
<b>Al<sub>4</sub>Cu<sub>9</sub></b>	0.47	0.5	243.1

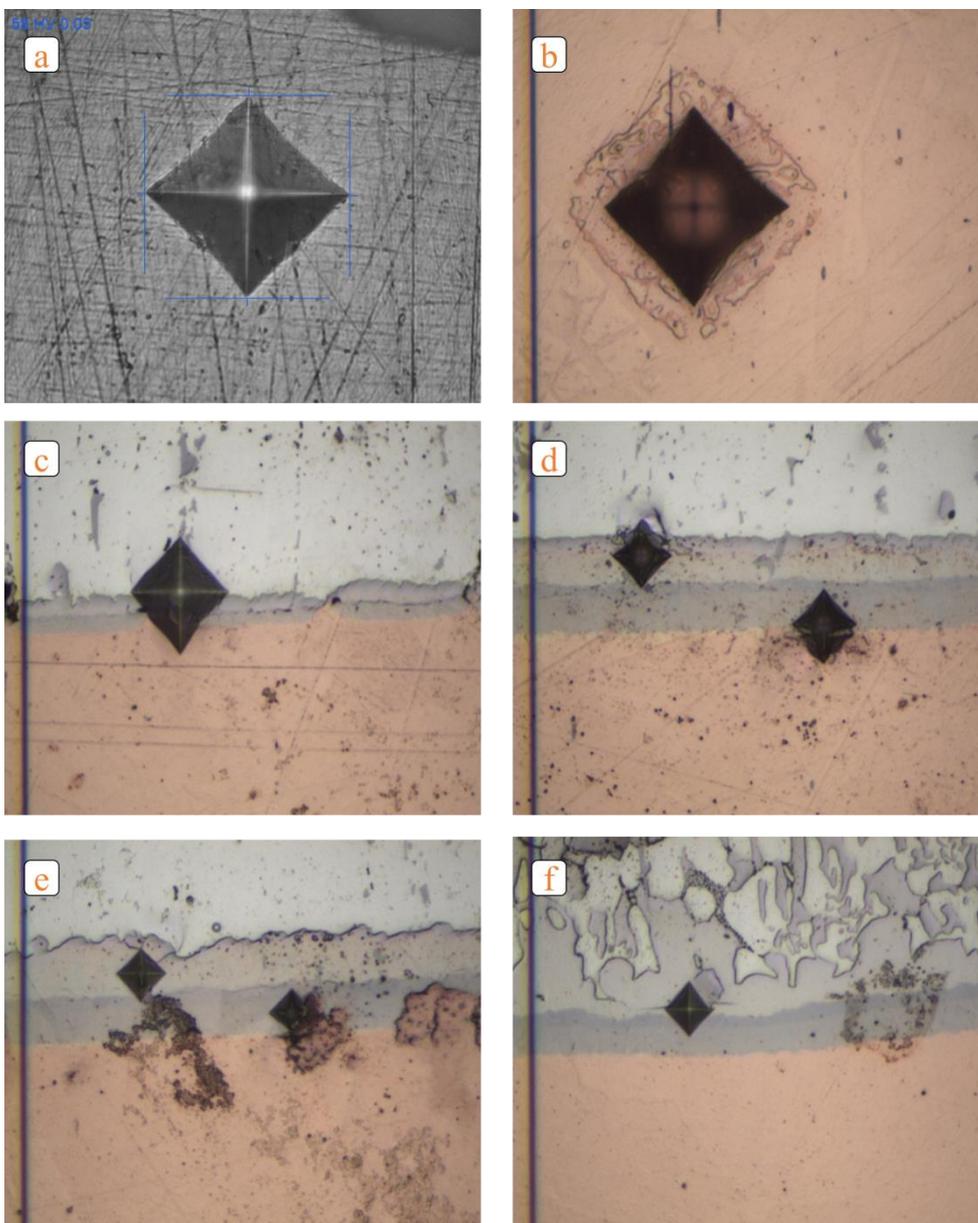
D'après les observations microstructurales, la diffraction des rayons X, l'analyse EDS et l'étude thermocinétique (valeurs de la constante de vitesse  $k$ ), on peut supposer que la séquence de précipitation des couches intermétalliques dans l'interface alliage Al/Cu (figure 4.22(a)) s'est produite comme suit : Les couches  $Al_2Cu$  et  $Al_2Cu_3$  ont d'abord été formées à l'interface du côté de l'alliage Al (figure 4.22 (b)), puis les deux couches AlCu et  $Al_3Cu_4$  sont apparues (figure 4.22 (c)). Enfin, la couche  $Al_4Cu_9$  précipite du côté du cuivre (figure 4.22 (d)). Rappelons que cette séquence proposée est basée sur la minimisation de l'énergie d'activation pour la formation des phases intermétalliques. En effet, la séquence de précipitation ayant la barrière d'énergie la plus faible sera susceptible à apparaître en premier.



**Figure 4. 22** : Schéma représentatif de la séquence d'apparition des phases Intermétalliques : (a) Al/Cu (b) apparition de  $\text{Al}_2\text{Cu}$  et  $\text{Al}_2\text{Cu}_3$  (c) apparition de  $\text{AlCu}$  et  $\text{Al}_3\text{Cu}_4$  (d) apparition de  $\text{Al}_4\text{Cu}_9$ .

## IV.5. Evolution de la micro-dureté

La figure 4.23, regroupe les empreintes engendrées lors des différents essais de microdureté réalisés sur nos assemblages. La figure 4.23(a) correspond à l'empreinte laissée au niveau de l'alliage d'Aluminium tandis que la figure 4.23(b) correspond à celle laissée du côté du Cuivre. Les figures 4.23(c, d, e et f) sont, quant à elles, représentatives des empreintes laissées au niveau des intermétalliques. On remarque dans ce cas que suite à l'apparition des premiers intermétalliques, l'empreinte englobait l'ensemble "alliage d'aluminium/intermétalliques/Cuivre" tandis qu'au fur et à mesure que le nombre et l'épaisseur des intermétalliques augmentent, l'empreinte devient exclusivement située à l'intérieur des phases intermétalliques.

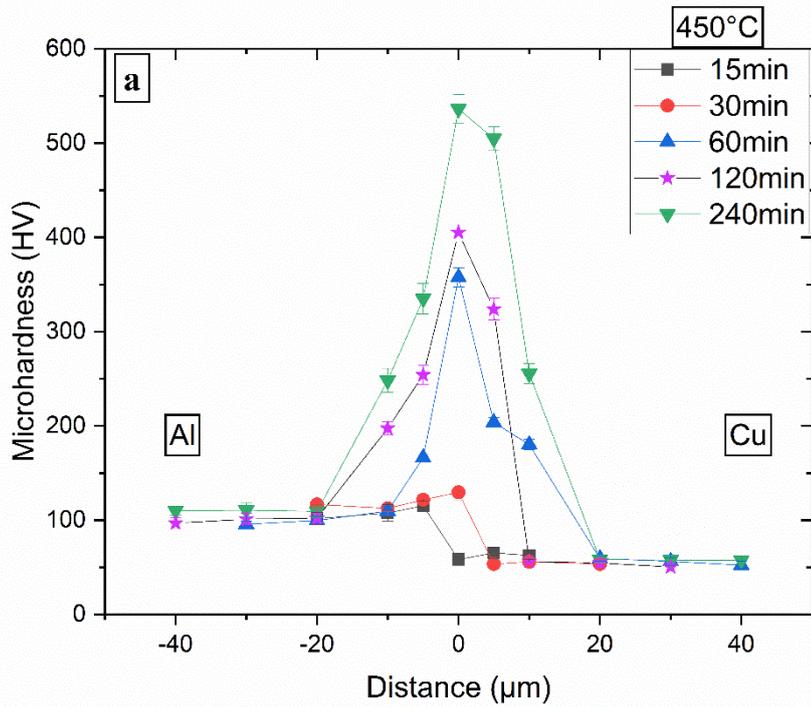


**Figure 4. 23:** Empreintes engendrées lors des essais de microdureté

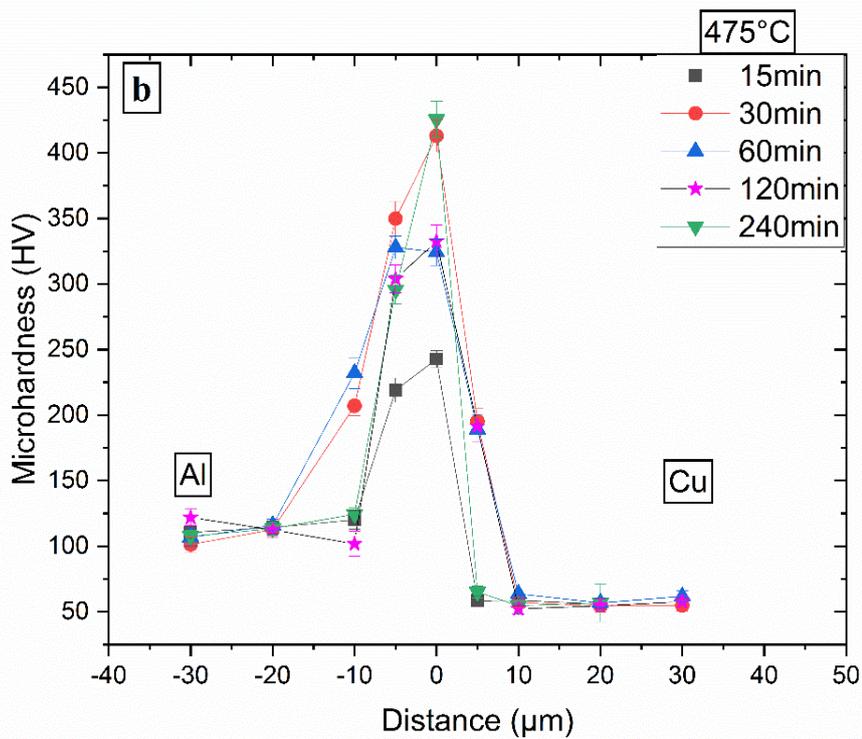
Les figures de 4.24 à 4.27 montrent l'évolution de la microdureté des joints soudés à différentes températures et durées de maintien. Comme le montre la figure 4.24, les valeurs de microdureté du côté aluminium sont plus élevées que celles enregistrées du côté cuivre. La microdureté de l'aluminium est de l'ordre de 112 Hv, celle du cuivre est de 56 Hv, et aucun changement n'a été observé dans la microdureté des deux métaux de base pour tous les joints soudés. En outre, la microdureté de la zone d'interdiffusion affiche des valeurs plus élevées que celles de l'aluminium ou des métaux de base du cuivre, confirmant à la fois l'interdiffusion des éléments principaux et la formation de composés intermétalliques Al-Cu.

On peut également conclure que le profil de microdureté à travers le joint soudé dépend de la température et du temps de maintien. On remarque qu'à basse température (450°C) et pour des temps de soudage courts (15 et 30 min), une légère augmentation de la microdureté à l'interface alliage Al/Cu est observée. Ceci est dû soit au fait que le temps de maintien de 15 min est insuffisant pour faire apparaître ces phases à cette température, soit à la très faible interdiffusion dans l'interface alliage Al/Cu lorsque le temps de maintien est de 30 minutes. En augmentant le temps de maintien jusqu'à 60 et 120 min, on a mesuré des valeurs de microdureté élevées, car l'indenteur touche les deux couches ( $Al_2Cu$  et  $Al_2Cu_3$ ), qui présentent des valeurs de microdureté élevées. Un pic de microdureté de 536 Hv a été obtenu pour le joint soudé pendant 240 min. Cette valeur de microdureté la plus élevée est due à la croissance des IMCs, à savoir les deux couches médianes ( $AlCu$  et  $Al_3Cu_4$ ), qui sont les plus dures.

A 475°C, et pour un temps de maintien de 15min, la microdureté à l'interface est relativement élevée en raison de la présence d'intermétalliques minces et discontinus. Cependant, plus le temps de maintien est élevé, plus l'épaisseur des IMCs est importante et par conséquent plus la microdureté est importante. Les plus grandes valeurs de microdureté ont été mesurées à 30 et 240 min, ce qui correspond aux indentations au milieu des IMCs.



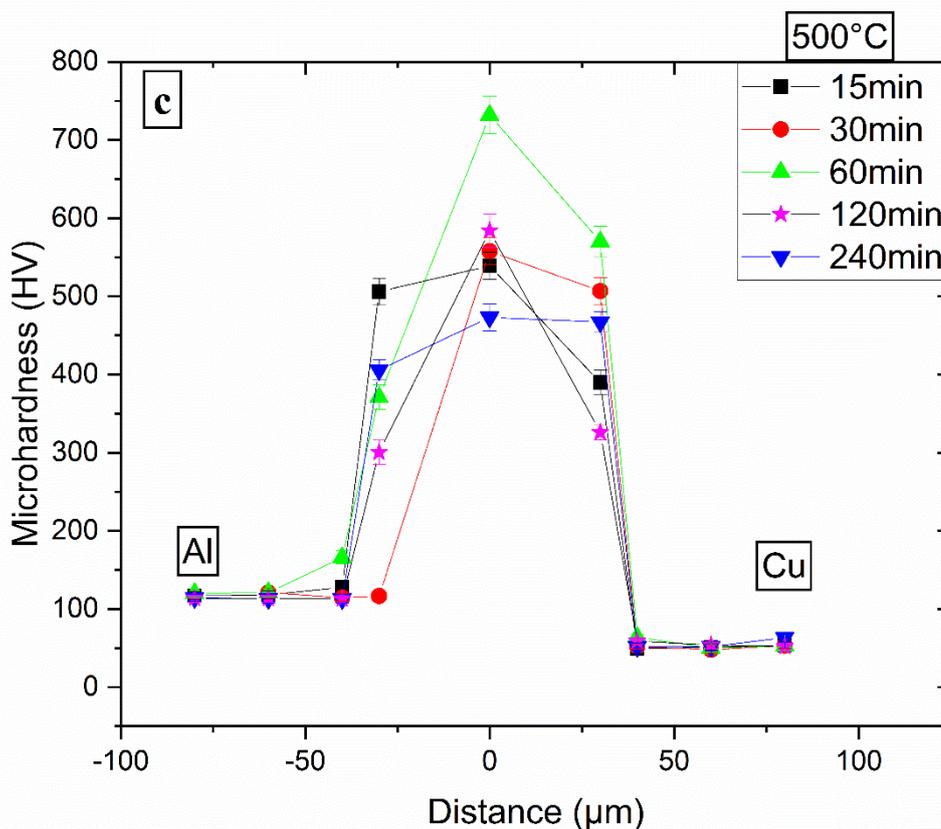
**Figure 4. 24:** Evolution de la microdureté des joints soudés à 450°C.



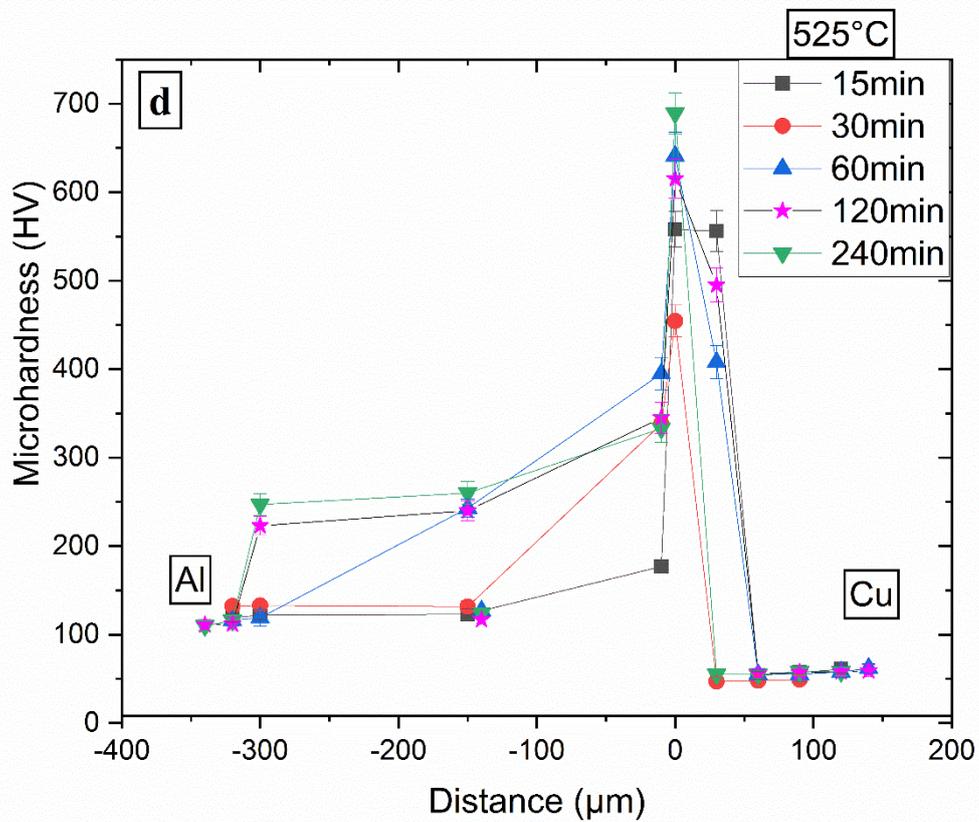
**Figure 4. 25:** Evolution de la microdureté des joints soudés à 475°C.

A 500°C, on observe que les joints soudés ont des interfaces plus larges par rapport aux joints soudés à 450 et 475°C. A haute température, la force motrice pour la migration des atomes d'Al et de Cu augmente, ce qui favorise le développement d'une zone d'interdiffusion plus importante, et donc la formation d'IMCs. La microdureté à l'interface ne correspond qu'aux intermétalliques et varie entre 470 et 580 Hv. Cette variation est liée à la position de l'indenteur, qui touche souvent l'interface entre deux IMCs. La valeur maximale mesurée est de 732 Hv, correspondant à la microdureté des deux couches intermédiaires AlCu et Al<sub>3</sub>Cu<sub>4</sub>.

Pour le soudage à 525 ° C, la courbe peut être divisée en deux intervalles. Le premier correspond aux mesures de microdureté enregistrées au niveau des IMCs, sa largeur est faible car à cette température les IMC commencent à décroître et la réaction principale intervenant lors du soudage est la formation de la phase eutectique (Al + Al<sub>2</sub>Cu). Le deuxième intervalle, qui se présente sous la forme d'un plateau de valeur moyenne 250 Hv, est caractéristique de la couche eutectique.



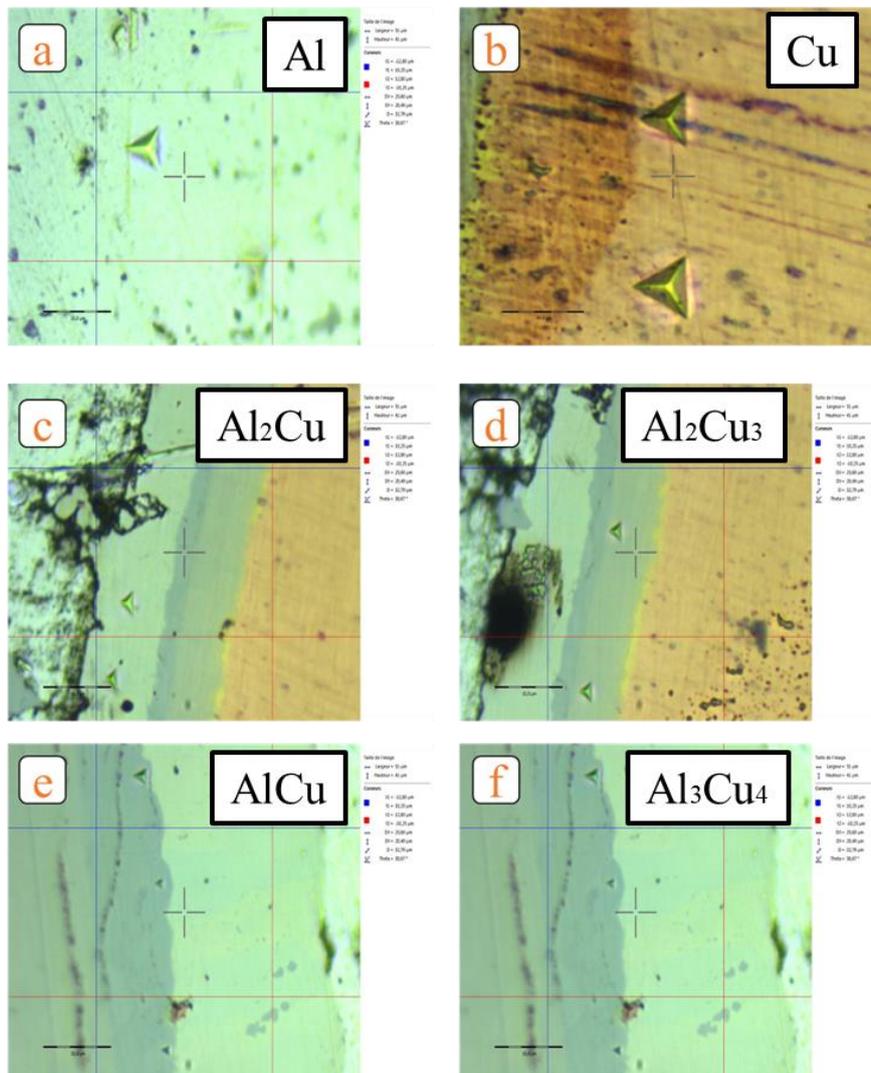
**Figure 4. 26:** Evolution de la microdureté des joints soudés à 500°C.



**Figure 4. 27:** Evolution de la microdureté des joints soudés à 525°C.

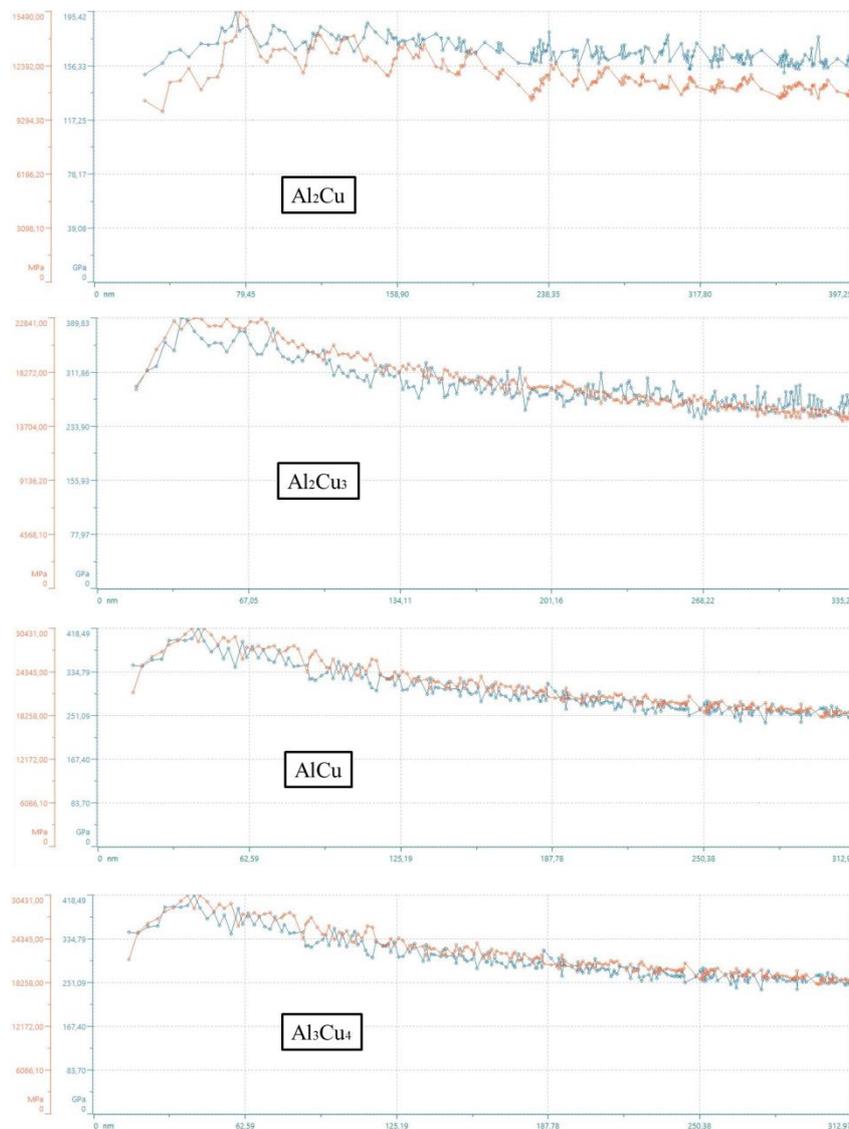
## IV.6. Propriétés micromécaniques

Tel que mentionné précédemment, bien que la charge utilisée lors des essais de microdureté soit aussi faible que possible, cela n'a pas permis de réaliser une caractérisation micromécanique de chaque phase séparément. Ceci étant dit, nous avons eu recours à une caractérisation par nanoindentation qui permet, entre autres, de déterminer le module d'Young et la microdureté de chaque phase. Cependant, il a été rapporté dans la littérature [12] que ces deux paramètres sont affectés par l'effet de taille. De plus, ils dépendent de la charge et de la profondeur [12]. La figure 4.28 regroupe l'ensemble des empreintes obtenues lors des tests par nanoindentation. On remarque qu'à la différence des tests de microdureté, toutes les empreintes ont apparues à l'intérieur de chaque phase. Un soin particulier a été pris pour éviter que ces empreintes touchent l'une des interfaces des phases adjacentes.



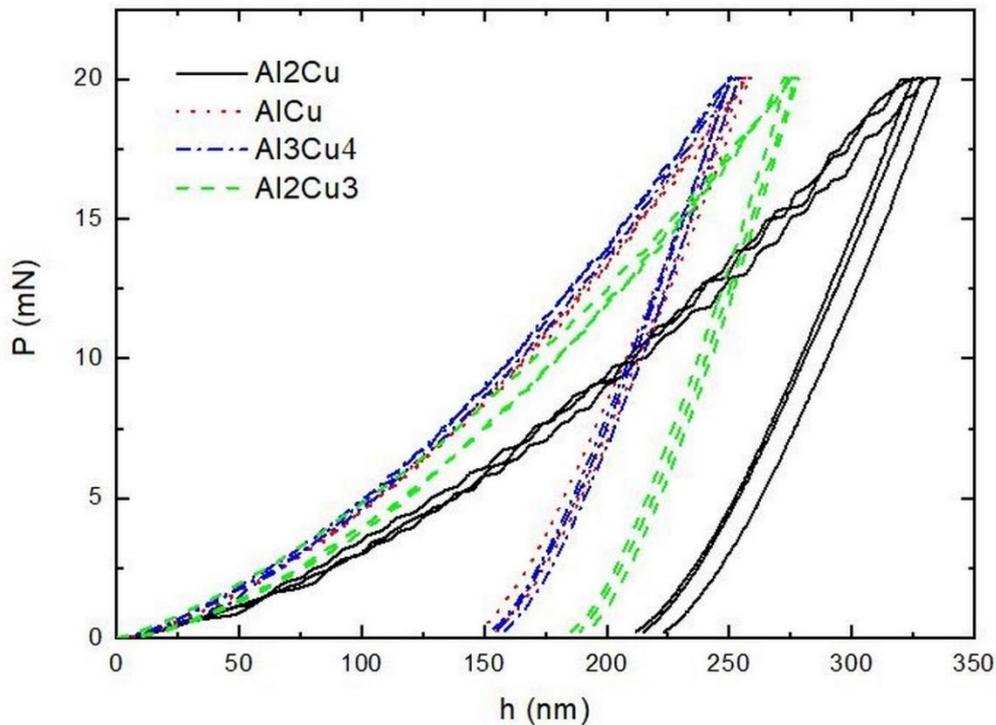
**Figure 4. 28:** Empreinte de nanoindentation sur chaque phase

La figure 4.29 montre les évolutions de la microdureté et du module d'Young en fonction de la profondeur de l'indentation pour les quatre phases intermétalliques obtenues dans le présent travail. On remarque qu'une tendance commune aux quatre évolutions se dégage. En effet, on constate que dans le cas de l'intermétallique  $Al_2Cu$ , le module d'Young (respectivement la microdureté) diminue à partir de 195 GPa (respectivement 15.5MPa) pour se stabiliser à une valeur de 156 GPa (respectivement 10MPa) à partir d'une profondeur de 320nm correspondant à une charge de 15 mN. Ainsi, la charge utilisée dans notre travail permet d'obtenir des valeurs du module d'Young et de microdureté de chaque phase en s'affranchissant de l'effet de taille communément appelé Indentation Size Effect (ISE) rapporté par [12].



**Figure 4. 29:** Evolutions de la microdureté et du module d'Young en fonction de la profondeur de l'indentation.

Les courbes de charge-déplacement (P-h) issues des essais de nanoindentation effectués sur chaque phase IMC sont représentées dans la figure 4.30. Trois courbes de réglage distinctes peuvent être observées en ce qui concerne la profondeur de pénétration : la première correspond à l'intermétallique  $\text{Al}_2\text{Cu}$  avec les valeurs de profondeur les plus élevées. La deuxième correspond aux courbes de profondeur de déplacement similaire attribuées aux phases IMCs  $\text{Al}_3\text{Cu}_4$  et  $\text{AlCu}$  et la troisième série de valeurs de profondeur intermédiaires correspond à la phase  $\text{Al}_2\text{Cu}_3$ .

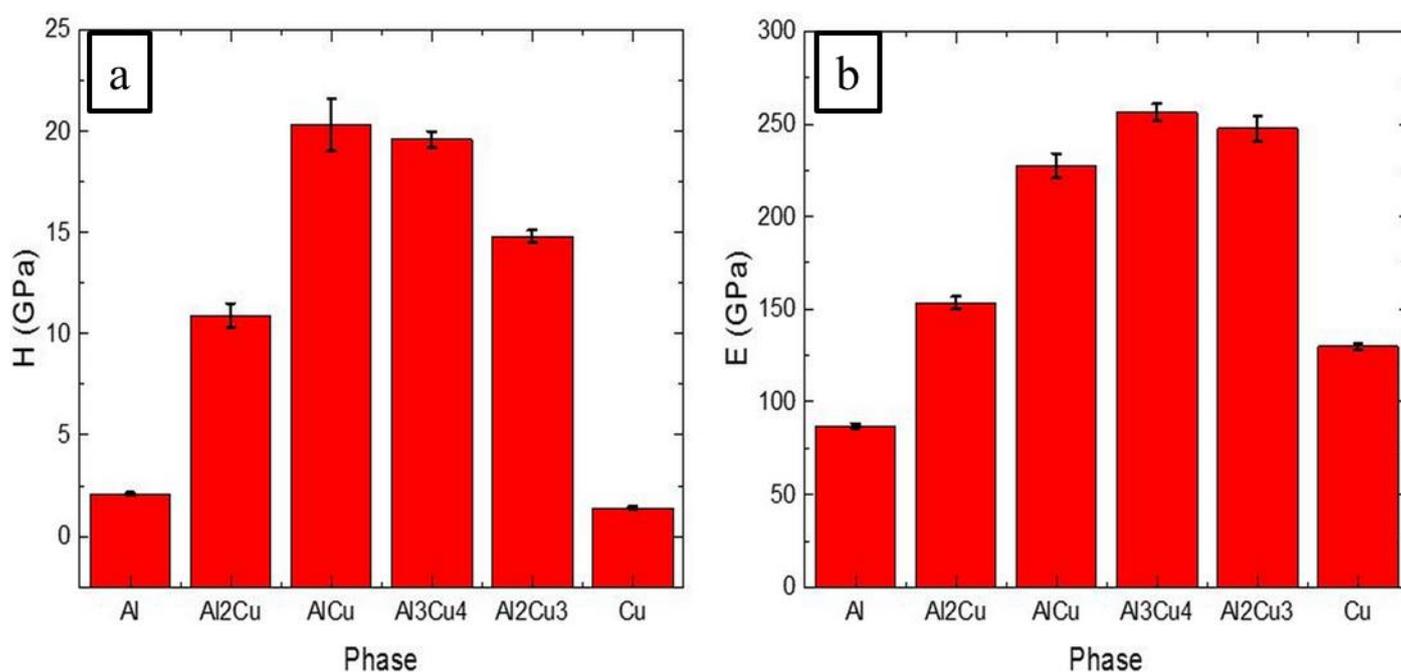


**Figure 4. 30:** Courbes de charge-déplacement (P-h).

La profondeur de pénétration maximale à la fin du segment de chargement suggère que les IMCs  $\text{AlCu}$  et  $\text{Al}_3\text{Cu}_4$  sont mécaniquement plus durs que les autres phases IMCs, ce qui est en bon accord avec les résultats rapportés par Yuan Xiao [11]. De l'autre côté, la pente dans le segment de déchargement est légèrement plus raide dans les IMCs  $\text{AlCu}$  et  $\text{Al}_3\text{Cu}_4$  que dans les IMCs  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , ce qui reflète les valeurs élevées de rigidité des premiers.

Les valeurs de microdureté (H) et du module d'élasticité (E) des différentes phases, estimées en appliquant la méthode d'Oliver et Pharr [13], sont résumées dans la figure 4.31(a) et 4.31(b). On remarque que toutes les phases IMCs présentent des valeurs H et E élevées par rapport aux métaux de base (Al et Cu). Les valeurs les plus élevées ont été enregistrées dans

les phases AlCu et Al<sub>3</sub>Cu<sub>4</sub> avec respectivement 20,32GPa et 19,63 GPa pour la microdureté et 227,5 GPa et 256,3 GPa pour le module d'élasticité. Comme mentionné ci-dessus, les valeurs les plus faibles de microdureté et de module d'Young ont été enregistrées en phase Al<sub>2</sub>Cu avec respectivement 10,9 GPa et 153,6 GPa. Ce comportement peut s'expliquer en considérant la mobilité des dislocations. En effet, comme rapporté par [11], les structures cristallines (Tableau 4.3) de faible symétrie présentent une faible mobilité des dislocations et par conséquent des valeurs de microdureté élevées. Ainsi, les phases AlCu et Al<sub>3</sub>Cu<sub>4</sub> avec des structures cristallines monocliniques et orthorhombiques présentent respectivement les valeurs de microdureté les plus élevées.



**Figure 4. 31 :** (a) Microdureté (H) et (b) module d'Young's (E) de chaque phases du joint alliage d'Aluminium/Cuivre soudé à 500°C pendant 240min.

### 3.1.6

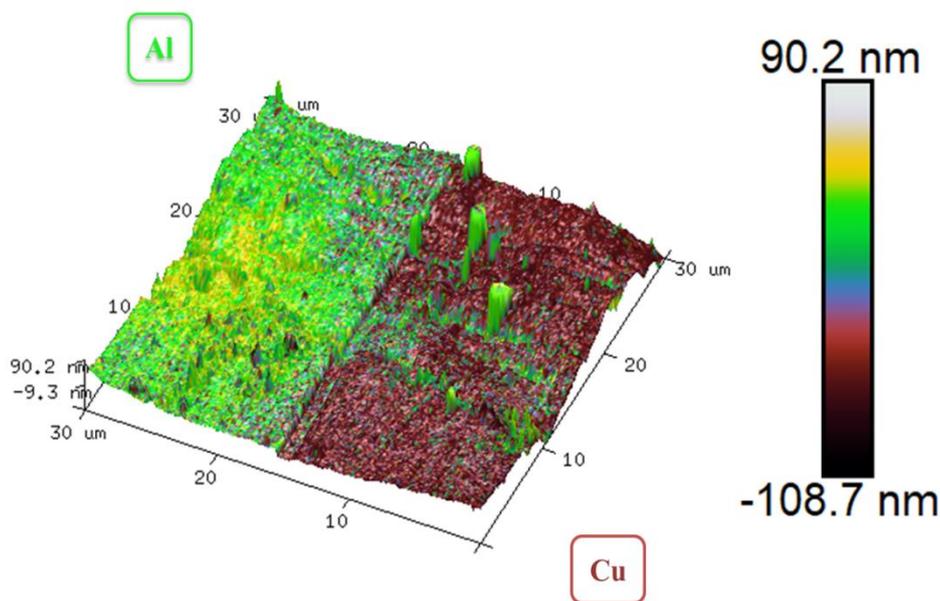
**Tableau 4. 3:** Données cristallographiques et températures de fusion ou de décomposition des phases intermédiaires existantes à basses températures dans le système Al-Cu [14].

Phase	Système cristallin	Groupe d'espace	Paramètre de maille (Å)	Température de fusion ou de décomposition (°C)
Al	Cubique	Fm-3m	a = b = c = 4,0494	660
Cu	Cubique	Fm-3m	a = b = c = 3,6150	1084
$\theta$ -Al <sub>2</sub> Cu	Tetragonal	14/mcm	a = b = 6,0654, c = 4,8732	591
$\eta_2$ -AlCu	Monoclinique	C2/m	a = 12,066, b = 4,105, c = 6,913	590
$\xi_2$ -Al <sub>3</sub> Cu <sub>4</sub>	Orthorhombique	Imm2	a = 4,0972, b = 7,0313, c = 2,8749	570
$\delta$ -Al <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub>	Rhomboédrique	R3mh	a = b = 12,266, c = 15,109	686
$\gamma_2$ -Al <sub>4</sub> Cu <sub>9</sub>	Cubique	P-43m	a = b = c = 8,7023	873
$\alpha_2$	Cubique	Fm-3m	a = b = c = 3,6240	363

## IV.7. Propriétés magnétiques et Potentiel électrique

### IV.7.1. Distributions magnétiques

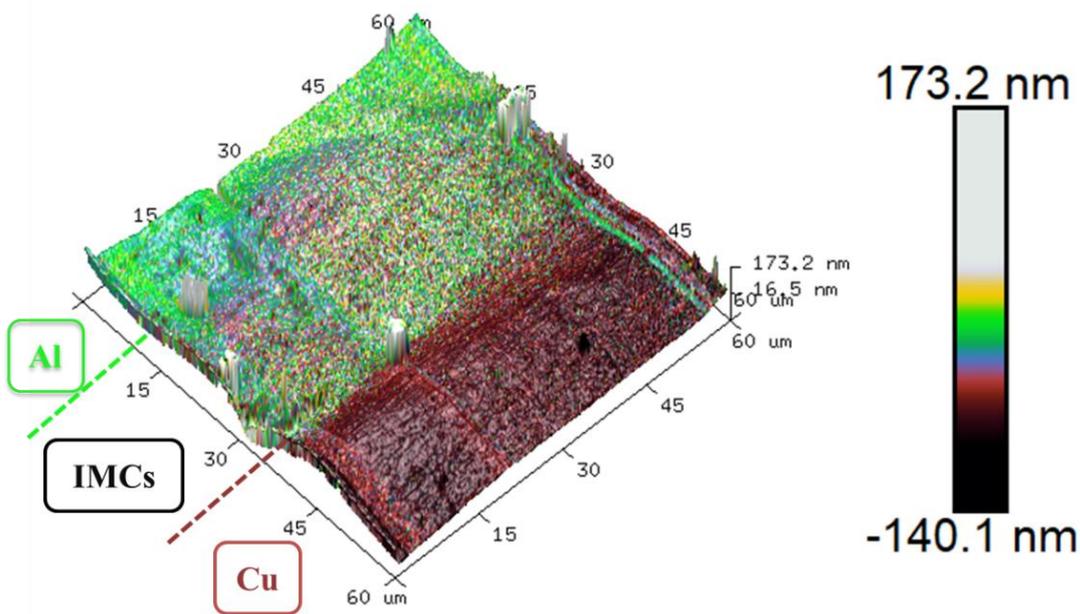
La figure 4.32 présente la distribution des zones magnétiques au niveau de l'interface du joint Al/Cu soudé à 450°C pendant 30 min des joints Al/Cu. Les mesures ont été obtenues sur une surface bien polie de 30x30  $\mu\text{m}^2$ . Sur cette image MFM, les deux phases des matériaux de base, alliage d'Aluminium et Cuivre, peuvent être facilement identifiées. L'Aluminium (paramagnétique) apparaît avec un contraste vert de grandeur moyenne selon l'échelle de distribution tandis que le cuivre (diamagnétique) apparaît en couleur sombre qui indique un aspect magnétique très faible. Le résultat obtenu dans le présent travail confirme ceux rapporté dans la littérature concernant la nature magnétique de l'Aluminium [15] et du Cuivre [16]. Rappelons que le contraste magnétique des images MFM est distribué de façon relative, c'est-à-dire donner plus de contraste à la phase qui répond plus au champ magnétique de la pointe de balayage (caractérisation qualitative). Les deux métaux de base présentent une distribution homogène dû à l'absence de domaines magnétiques des intermétalliques.



Height Sensor

**Figure 4. 32:** Distribution magnétique du joint soudé à 450°C pendant 30min.

La figure 4.33 présente la distribution du domaine magnétique de l'interface de la jonction Al/Cu assemblée à 525 °C pendant 30min. Nous rappelons qu'à ces conditions, l'ensemble des IMCs est formé à l'interface. L'image reflète trois zones : la première zone est celle de l'alliage d'Aluminium en contraste vert indiquant un comportement magnétique plus que moyen, la deuxième zone caractéristique du Cuivre présente une très faible réponse magnétique et la troisième zone est attribuée à l'ensemble des couches IMCs de distribution clairement intermédiaire. De cela, on peut suggérer que le total des intermétalliques formés à l'interface possède un magnétisme paramagnétique proche de celui de l'Aluminium.

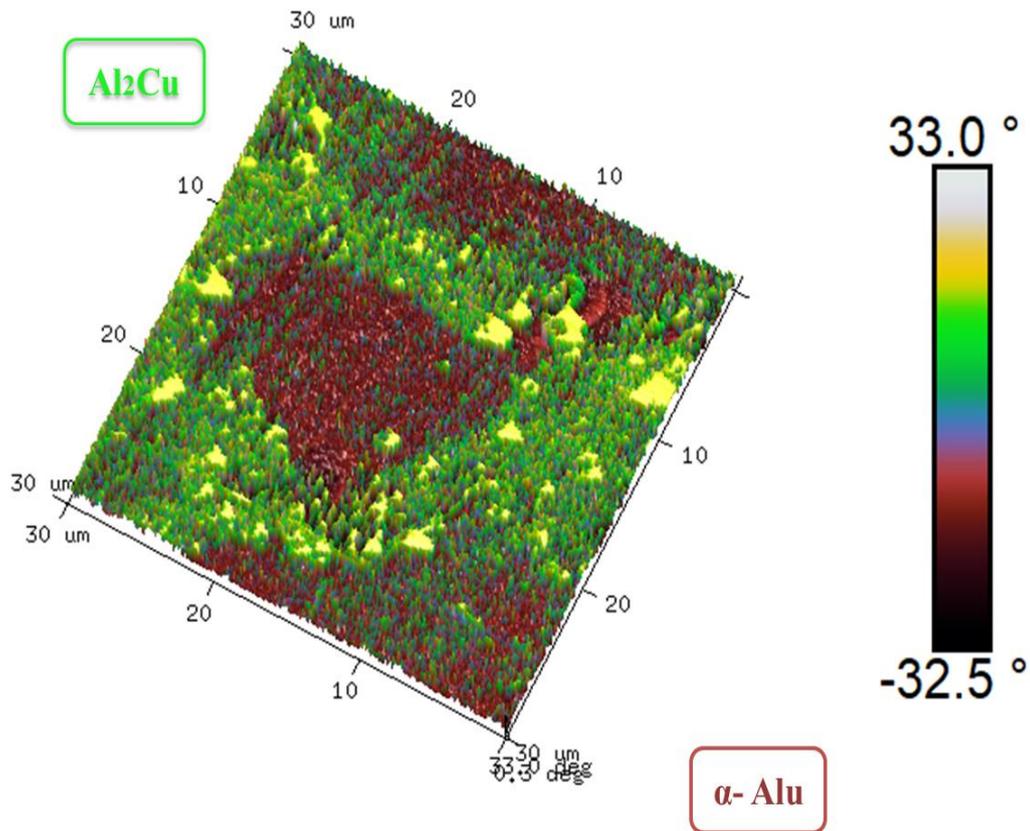


### Height Sensor

**Figure 4. 33:** Distribution magnétique du joint soudé à 525°C pendant 30min.

La figure 4.34 illustre la distribution des zones magnétiques issue d'une analyse dans la couche Eutectique au niveau de l'interface du joint soudé à la température de 525°C pendant un temps de maintien de 120min. Cette fois-ci, l'alliage d'Aluminium (la matrice  $\alpha$  plus exactement) est passé en couleur sombre tandis que le deuxième composé de l'eutectique qui est l'intermétallique  $Al_2Cu$  est de contraste vert ce qui montre que sa réponse à un champ

magnétique est plus forte que celle de l'Aluminium. De ce fait, l'intermétallique  $Al_2Cu$ , qui forme l'eutectique, possède un comportement magnétique potentiellement proche de celui de l'Aluminium (paramagnétique) voir proche d'un comportement ferromagnétique.



## Phase

**Figure 4. 34:** Distribution magnétique de l'eutectique du joint soudé à 525°C pendant 120min.

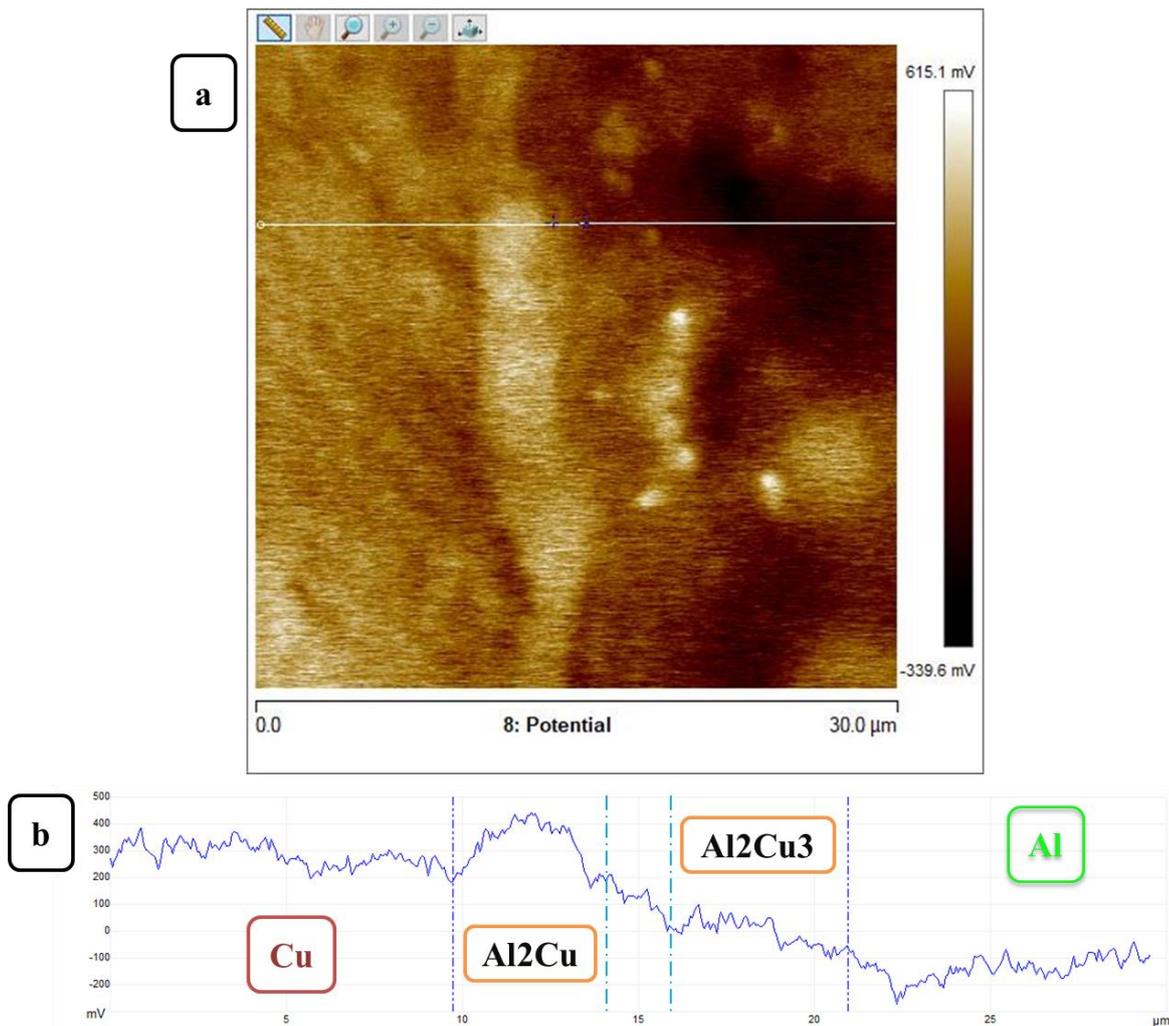
#### IV.7.2. Distribution du potentiel électrique

L'application du mode KPFM (Kelvin Probe Force Microscopy) au niveau de l'interface des joints soudés nous a permis d'avoir une compréhension qualitative et des mesures quantitatives relatives des potentiels électrique à la surface des phases présentes.

La figure 4.35(a) montre une cartographie de distribution de potentiel électrique des phases existantes à l'interface de la jonction Al/Cu assemblée à 450°C pendant une heure de temps. Une variation du potentiel est bien observée en balayant du côté du Cuivre vers l'Aluminium. Un contraste clair à gauche qui devient de plus en plus sombre sur le côté droit avec une couche bien distinctive (encore plus claire que celle à gauche) située au milieu.

La mesure quantitative du potentiel sur cette cartographie est faite par l'intermédiaire d'une ligne horizontale traversant toute la surface, cette mesure est traduite par une courbe de potentiel illustrée sur la figure 4.35(b). En se refferant à la disposition des phases Intermétalliques dans ce joint, vue précédemment (section MEB-EDS), nous pouvons décrire cette distribution comme suit :

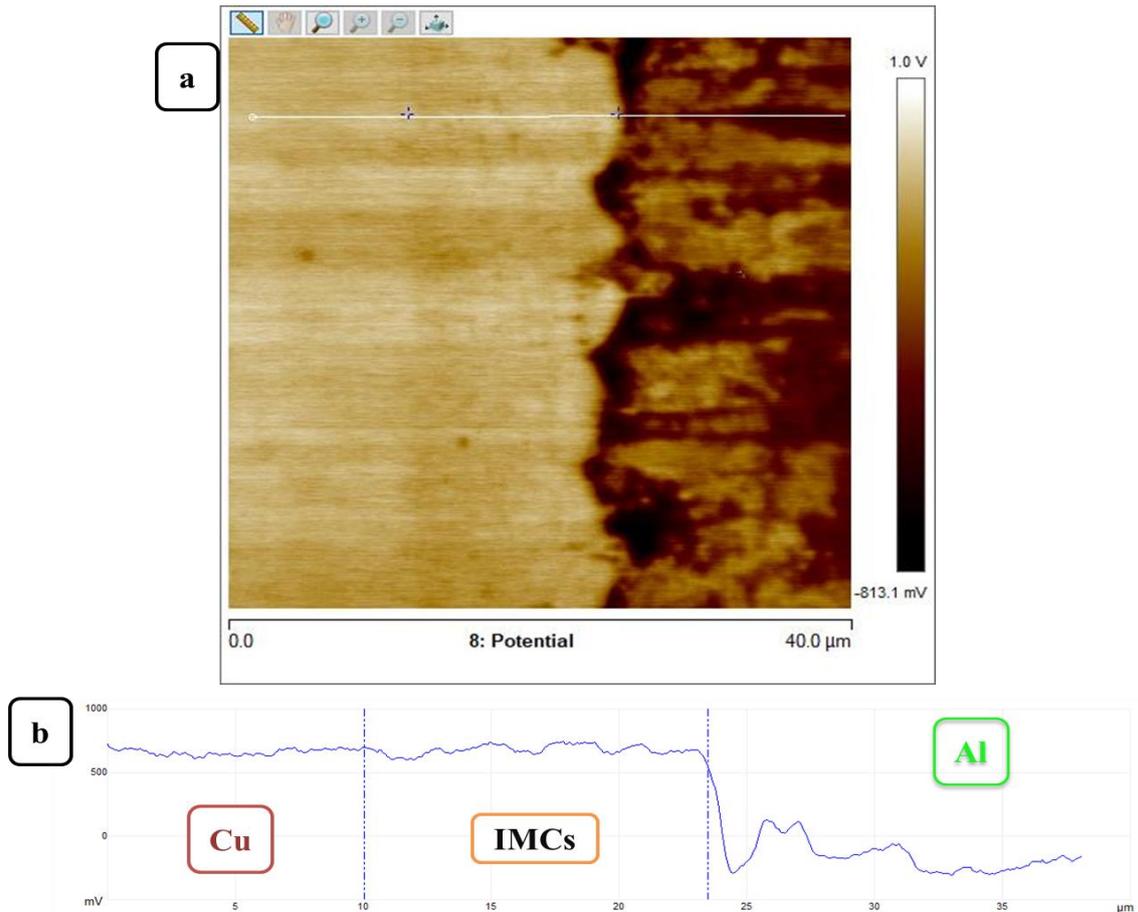
- Un potentiel élevé de l'ordre de 300mV caractéristique du Cuivre [17].
- La partie sombre est attribuée à l'alliage d'Aluminium avec un potentiel relatif de l'ordre de -200mV, ce qui est en bon accord avec les valeurs publiées par Holze [18].
- La partie la plus claire, en forme de couche verticale, est affectée à l'intermétallique  $\text{Al}_2\text{Cu}$  de potentiel de l'ordre de 400mV.
- La couche  $\text{Al}_2\text{Cu}_3$  est aussi délimitée par un interval de potentiel quasistable de moyenne nulle (0mV).
- Vu la difficulté d'identifier les phases situées entre l' $\text{Al}_2\text{Cu}$  et l' $\text{Al}_2\text{Cu}_3$  à l'interface de ce joint (soit l' $\text{AlCu}$ , l' $\text{Al}_3\text{Cu}_4$  ou les deux ), l'ensemble possède un potentiel électrique moyen d'une grandeur de 100mV).



**Figure 4. 35:** Distribution du potentiel électrique à l'interface du joint soudé à 450°C pendant 60min : (a) cartographie (b) profil du potentiel

La figure 4.36(a) montre la cartographie de distribution de potentiel mesuré à l'interface du joint Al/Cu soudé à la température de 525°C maintenu pendant 15 min. on peut aisément remarquer deux parties distinctes en terme de contraste c.à.d en terme de potentiel électrique à la surface. La première partie, la plus sombre, est identifiée comme étant l'alliage d'Aluminium. Sur la deuxième partie (la plus claire), on différencie aussi légèrement deux zones à savoir le Cuivre du côté gauche et l'ensemble des Intermétalliques du côté droit.

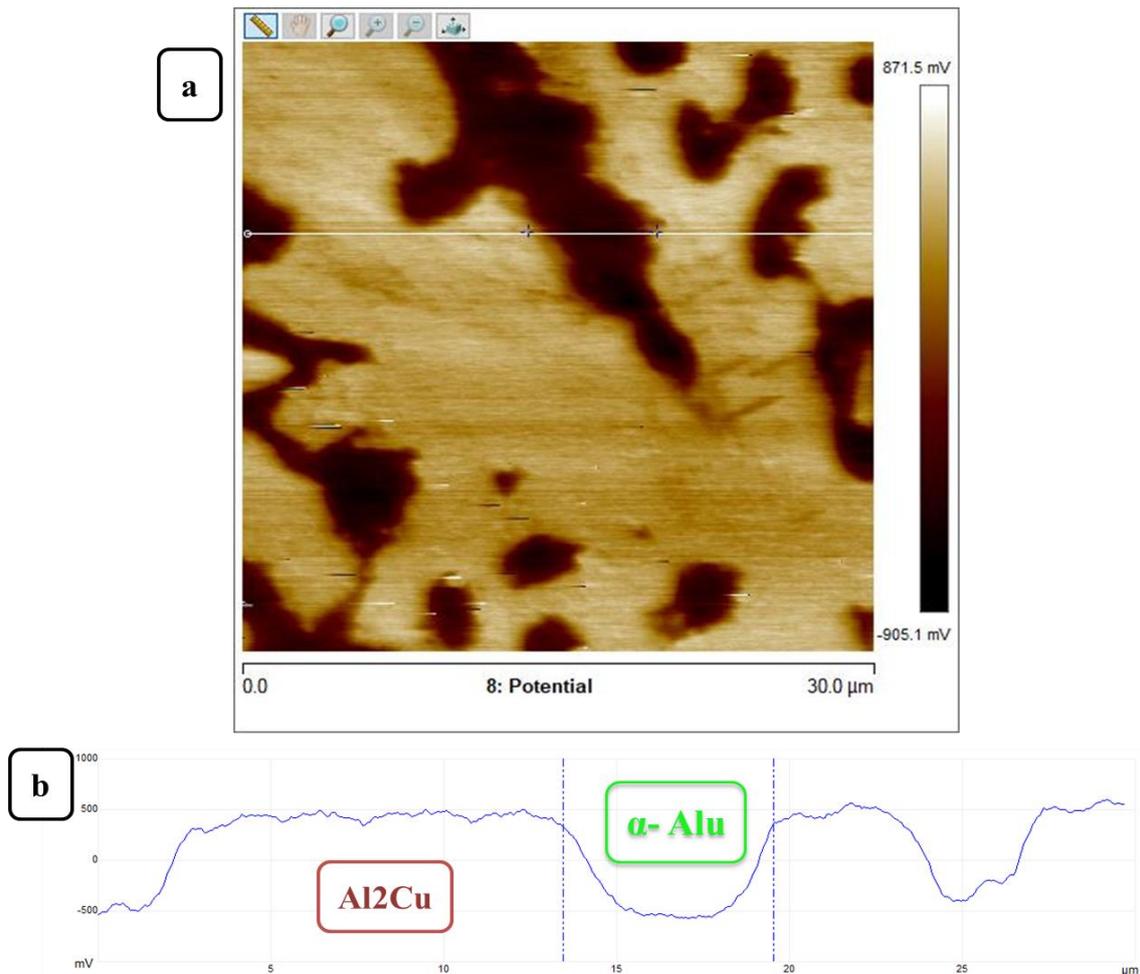
En terme de quantification du potentiel électrique de ces zones (Cu-IMCs-Al), on remarque bien sur la figure 4.36(b), que le cuivre et les IMCs expriment un potentiel presque équivalent, bien plus élevé que celui de l'alliage d'Aluminium.



**Figure 4. 36:** Distribution du potentiel électrique à l'interface du joint soudé à 525°C pendant 15min : (a) cartographie (b) profil du potentiel

La figure 4.37 présente la carte du potentiel électrique à la surface et le profil correspondant acquis après balayage KPFM à l'intérieur de la couche d'Eutectique ( $\alpha$ -Alu +  $\text{Al}_2\text{Cu}$ ) présente à l'interface de l'assemblage Al/Cu liés par diffusion à 525°C pendant 120min. La différence en potentiel électrique est bien nette sur cette cartographie (figure 4.37(a)) où on trouve l'Intermétallique  $\text{Al}_2\text{Cu}$  illustré sous contraste très clair tandis que la matrice  $\alpha$  d'Aluminium se manifeste sous un contraste sombre indiquant (selon l'échelle de la cartographie) un potentiel très bas.

Le profil linéaire du potentiel (figure 4.37(b)) présente des hauts ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ) et des bas ( $\alpha$ -Alu) dont les valeurs relatives moyennes sont de l'ordre de 500mV et -500mV respectivement.



**3.1.8 Figure 4. 37:** Distribution du potentiel électrique de l'eutectique du joint soudé à 525°C pendant 120min : (a) cartographie (b) profil du potentiel

Cette caractérisation (AFM-KPFM) nous a permis de décrire qualitativement et semi-quantitativement l'évolution du potentiel électrique à la surface en allant du côté du Cuivre vers l'alliage d'Aluminium passant par les phases intermétalliques présentes à l'interface. C'est ainsi qu'on constate qu'aussi bien le cuivre que l'ensemble des IMCs présentent un potentiel électrique positif ce qui nous permet de prévoir un comportement plutôt cathodique en terme de corrosion électrochimique. L'attitude est plutôt anodique pour l'alliage d'Aluminium qui présente un potentiel électrique négatif. Il est important de signaler que sur la base de ces résultats, l'immersion d'un joint Al/Cu dans un électrolyte peut engendrer une corrosion galvanique au niveau de l'interface du joint.

Compte tenu des différents résultats regroupant l'analyse microstructurale, l'étude thermocinétique ainsi que la caractérisation micromécanique, les conditions optimales (température de soudage et temps de maintien isotherme) ayant permis d'obtenir un joint Al-Cu sain (absence de défauts et épaisseurs d'IMCs réduites) sont : **un soudage par diffusion à 500°C pendant un temps de maintien de 15 min.**

## Références bibliographiques

- [1] C. Y. Chen and W. S. Hwang, “Effect of annealing on the interfacial structure of aluminum-copper joints,” *Mater. Trans.*, vol. 48, no. 7, pp. 1938–1947, 2007, doi: 10.2320/matertrans.MER2006371.
- [2] Y. Xiao, H. Besharatloo, B. Gan, X. Maeder, R. Spolenak, and J. M. Wheeler, “Combinatorial investigation of Al–Cu intermetallics using small-scale mechanical testing,” *J. Alloys Compd.*, vol. 822, 2020, doi: 10.1016/j.jallcom.2019.153536.
- [3] T. Wang, F. Cao, P. Zhou, H. Kang, Z. Chen, Y. Fu and Q. Yuan, “Study on diffusion behavior and microstructural evolution of Al/Cu bimetal interface by synchrotron X-ray radiography,” *J. Alloys Compd.*, vol. 616, pp. 581–593, 2014, doi: 10.1016/j.jallcom.2014.07.172.
- [4] Y. F. and K. Watanabe, “Interdiffusion in the Al-Cu System ” vol. 12, no. 1958, 1971.
- [5] M. H. M. Kouters, G. H. M. Gubbels, and O. Dos Santos Ferreira, “Characterization of intermetallic compounds in Cu-Al ball bonds: Mechanical properties, interface delamination and thermal conductivity,” *Microelectron. Reliab.*, vol. 53, no. 8, pp. 1068–1075, 2013, doi: 10.1016/j.microrel.2013.02.020.
- [6] J. Xiong, Y. Peng, H. Zhang, J. Li, and F. Zhang, “Microstructure and mechanical properties of Al-Cu joints diffusion-bonded with Ni or Ag interlayer,” *Vacuum*, vol. 147, pp. 187–193, 2018, doi: 10.1016/j.vacuum.2017.10.033.
- [7] G. Brebec, “Diffusion Dans Les Metalliques.,” *NATO ASI Ser. Ser. B Phys.*, vol. 97, no. 0, pp. 251–284, 1983.
- [8] I. Galvão, A. Loureiro, and D. M. Rodrigues, “Critical review on friction stir welding of aluminium to copper,” *Sci. Technol. Weld. Join.*, vol. 21, no. 7, pp. 523–546, 2016, doi: 10.1080/13621718.2015.1118813.
- [9] X. G. Wang, X. G. Li, F. J. Yan, and C. G. Wang, “Effect of heat treatment on the interfacial microstructure and properties of Cu-Al joints,” *Weld. World*, vol. 61, no. 1, pp. 187–196, 2017, doi: 10.1007/s40194-016-0393-x.
- [10] J. P. Bergmann, F. Petzoldt, R. Schürer, and S. Schneider, “Solid-state welding of aluminum to copper—case studies,” *Weld. World*, vol. 57, no. 4, pp. 541–550, 2013, doi: 10.1007/s40194-013-0049-z.

- [11] F. J. Gil, M. P. Ginebra, J. M. Manero, and J. A. Planell, “Formation of a-Widmanstätten structure: effects of grain size and cooling rate on the Widmanstätten morphologies and on the mechanical properties in Ti6Al4V alloy,” vol. 329, pp. 142–152, 2001.
- [12] J. Dong, F. Li, and C. Wang, “Micromechanical behavior study of  $\alpha$  phase with different morphologies of Ti-6Al-4V alloy by microindentation,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 580, pp. 105–113, 2013, doi: 10.1016/j.msea.2013.05.032.
- [13] W. C. Oliver and G. M. Pharr, “An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments,” *J. Mater. Res.*, vol. 7, no. 6, pp. 1564–1583, 1992, doi: 10.1557/JMR.1992.1564.
- [14] F. HAIDARA, “Étude des mécanismes de formation de phases dans des films minces du système ternaire Al-Cu-Fe,” Thèse de Doctorat, Université Paul Cezanne Aix-Marseille III Faculté des sciences et techniques de Saint-Jérôme, 2011.
- [15] université de saint Etienne, “<https://dossier.univ-st-etienne.fr/destoucn/www/Enseignements/CMmagn%C3%A9tismeND.pdf>,” 2010. .
- [16] P. Villars and F. Hulliger, Eds., “Cu magnetic susceptibility: Datasheet from ‘PAULING FILE Multinaries Edition – 2012’ in SpringerMaterials ([https://materials.springer.com/isp/physical-property/docs/ppp\\_2b08df6d048bb50d8ed57ec4876db93c](https://materials.springer.com/isp/physical-property/docs/ppp_2b08df6d048bb50d8ed57ec4876db93c)).” Springer-Verlag Berlin Heidelberg & Material Phases Data System (MPDS), Switzerland & National Institute for Materials Science (NIMS), Japan, [Online]. Available: [https://materials.springer.com/isp/physical-property/docs/ppp\\_2b08df6d048bb50d8ed57ec4876db93c](https://materials.springer.com/isp/physical-property/docs/ppp_2b08df6d048bb50d8ed57ec4876db93c).
- [17] R. Holze, “Table 1.6. Potentials of common reference electrodes in aqueous solution: Datasheet from Landolt-Börnstein - Group IV Physical Chemistry · Volume 9A: ‘Electrochemical Thermodynamics and Kinetics’ in SpringerMaterials ([https://doi.org/10.1007/978-3-540-45316-1\\_8](https://doi.org/10.1007/978-3-540-45316-1_8)).” Springer-Verlag Berlin Heidelberg, doi: 10.1007/978-3-540-45316-1\_8.
- [18] R. Holze, “Table 3.3. Electrode potentials of zero charge of metal electrodes in contact with molten electrolyte salts: Datasheet from Landolt-Börnstein - Group IV Physical Chemistry · Volume 9A: ‘Electrochemical Thermodynamics and Kinetics’ in

SpringerMaterials ([https://doi.org/10.1007/978-3-540-45316-1\\_17](https://doi.org/10.1007/978-3-540-45316-1_17)).” Springer-Verlag  
Berlin Heidelberg, doi: 10.1007/978-3-540-45316-1\_17.

## Conclusion générale

En résumé, le présent travail est une contribution à l'étude de l'assemblage dissimilaire d'un alliage d'Aluminium avec du cuivre par un processus de diffusion à l'état solide. Le but étant de déterminer les conditions optimales en terme de température de soudage et de temps de maintien afin d'obtenir une jonction de meilleure qualité. Ceci passe par des caractérisations microstructurale et micromécanique détaillée des interfaces obtenues lors du soudage. Ces caractérisations combinées à une étude thermocinétique détaillée (déterminations des différents paramètres de la cinétique  $n$ ,  $k$  et  $Q$ ) ont largement contribué à atteindre les objectifs soulignés précédemment. Les principaux résultats obtenus dans le présent travail peuvent être résumés comme suit :

- L'alliage d'Aluminium et le cuivre ont été assemblés avec succès par le procédé de soudage par diffusion à l'état solide.
- Les principales transformations ont été observées du côté de l'Aluminium, puisque les différentes couches intermétalliques se sont formées à l'intérieur de la matrice d'Aluminium.
- L'augmentation de la température et du temps pendant le soudage par diffusion entraîne l'apparition de différents types de composés intermétalliques dont l'épaisseur augmente en conséquence.
- On distingue cinq phases intermétalliques allant du côté Al vers le Cu :  $Al_2Cu$ ,  $AlCu$ ,  $Al_3Cu_4$ ,  $Al_2Cu_3$  et  $Al_4Cu_9$ .
- Le soudage par diffusion à une température plus élevée ( $525^\circ C$ ), a induit une transformation morphologique du côté de l'Aluminium qui se manifeste par le développement d'un eutectique composé de «  $Al_2Cu + \alpha$ -Aluminium ».
- Les paramètres thermocinétiques ( $n$ ,  $k$  et  $Q$ ) ont été calculés sur la base de la théorie classique de germination – croissance. Une valeur unique de  $n=0.43$  a été obtenue, suggérant une croissance normale des phases IMCs. En outre, la valeur la plus élevée de  $k$  (qui représente la cinétique de croissance la plus rapide) correspond à la croissance de  $Al_2Cu$ . Ces résultats sont en très bon accord avec les évolutions microstructurales observées.
- L'énergie d'activation correspondant à la croissance de l'intermétallique  $Al_4Cu_9$  est la plus élevée parmi les IMCs. Considérant que la séquence d'apparition des phases intermétalliques est directement liée aux valeurs des énergies d'activation, on peut suggérer la séquence suivante : Les couches  $Al_2Cu$  et  $Al_2Cu_3$  ont d'abord été formées à l'interface du côté de

l'alliage Al, puis les deux couches AlCu et Al<sub>3</sub>Cu<sub>4</sub> sont apparues. Enfin, la couche Al<sub>4</sub>Cu<sub>9</sub> précipite du côté du cuivre

- La microdureté de la zone d'interdiffusion est d'autant plus élevée lorsque la température de soudage augmente. En effet, cette zone présente des valeurs de microdureté nettement supérieures à celles enregistrées dans les métaux de base.

- Les tests de nanoindentation ont montré que les valeurs de dureté les plus élevées ont été enregistrées dans les phases AlCu et Al<sub>3</sub>Cu<sub>4</sub> avec des valeurs de 20,32 GPa et 19,63 GPa respectivement.

- Compte tenu des différents résultats regroupant l'analyse microstructurale, l'étude thermocinétique ainsi que la caractérisation micromécanique, les conditions optimales (température de soudage et temps de maintien isotherme) ayant permis d'obtenir un joint Al-Cu sain (absence de défauts et épaisseurs d'IMCs réduites) sont : un soudage par diffusion à 500°C pendant un temps de maintien de 15 min.

## **Perspectives**

- Une caractérisation électrochimique des différents joints permettra d'étudier l'effet des phases IMCs sur la tenue à la corrosion des interfaces obtenues. Cela aidera à une meilleure optimisation des conditions de soudage par diffusion.
- Une modélisation mathématique du procédé de soudage par diffusion permettra de mieux comprendre les mécanismes d'apparition des phases intermétalliques et par conséquent de mieux prédire le comportement à l'interface des jonctions ainsi élaborées.