

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 par diffusion à l'état solide d'un alliage d'aluminium à un matériau céramique

Présentée par :
CHETTAH Maroua

Soutenue publiquement le 20/06/2024

Devant le jury composé de :

Pr. Barkat Djamel	Professeur	Président	Université de Mohamed Khider - Biskra
Dr. Hamdi Ines	Maître de Conférences	Directrice de thèse	Université de Mohamed Khider - Biskra
Pr. Boumerzoug Zakaria	Professeur	Co-encadreur	Université de Mohamed Khider - Biskra
Dr. Djellab Mounir	Maître de Conférences	Examineur	Université de Mohamed Khider - Biskra
Dr. Helal Yazid	Maître de Conférences	Examineur	Université de Kasdi Merbah - Ouargla

Remerciements

Je tenais à profiter de cette occasion pour exprimer ma profonde gratitude aux mon encadreur Dr. Hamdi Ines et mon co-encadreur Pr. Boumerzoug Zakaria pour votre soutien, votre encadrement et votre guidance tout au long de mon parcours de thèse de doctorat. La réalisation de ce projet n'aurait pas été possible sans votre expertise, vos conseils éclairés et votre dévouement constant.

Je remercie Dr. Bedjaoui Walid de CRTI Alger pour leur aide dans la partie des tests électrochimiques.

Je tiens aussi à remercier les membres du jury : Pr. Barkat Djamel, Dr. Djellab Mounir et Dr. Helal Yazid pour leur présence et pour leur lecture attentive de ma thèse.

Je souhaiterais également remercier tous les professeurs, les chercheurs et le personnel du département de génie mécanique et de la faculté de sciences et technologie d'université de Mohamed Khider.

Je souhaite exprimer ma profonde gratitude envers tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail de thèse. Votre confiance, votre expertise et votre soutien inébranlable ont été des éléments essentiels de ma réussite.

Dédicaces

Je dédie ce travail accompagné d'un profond amour:

À celle qui m'a arrosé de tendresse et d'espoirs, à la source d'amour

Incessible, à la mère des sentiments fragiles qui ma bénie par ces

Prières ma mère Fatima

À mon support dans ma vie, qui m'a appris m'a supporté et ma dirigé

Vers la gloire mon père Ahmed

À ma source de bonheur mes sœurs : Amel, Imene et Safa

À mes chères frères Abdo, Ali et Saber Hani

À mon meilleur cadeau du dieu mes petites nièces : Ritel et Layene

À toutes les personnes de ma grande famille

À mes meilleures amies : Meyssoun, Hind, Fatima, Imane et Aya

À tous les amis, les doctorants, les collègues et les étudiants de l'université Mohamed Khider

Résumé

L'objectif principal de cette thèse était d'étudier l'effet de temps sur le soudage par diffusion à l'état solide des deux matériaux dissimilaires avec des propriétés physico-chimiques complètement différentes : l'alumine comme matériau céramique (Al_2O_3) et un alliage d'aluminium 6060. On a utilisé diverses techniques de caractérisation pour atteindre notre objectif, notamment la microscopie optique, la macroscopie optique, la microscopie électronique à balayage, la micro-dureté Vickers, la diffraction des rayons X, tests de corrosion et un test de flexion. Les deux matériaux dissimilaires ont été soudés avec succès, ce qui a permis de montrer toutes les évolutions microstructurales, mécaniques et chimiques dans le joint soudé.

Mots clés : Soudage à l'état solide, soudage, Alumine, Aluminium, propriétés mécaniques

Abstract

The main objective of this thesis was to study the effect of time on solid-state diffusion welding of two dissimilar materials with completely different physico-chemical properties: alumina as a ceramic material (Al_2O_3) and a 6060 aluminum alloy. Various characterization techniques were used to achieve our objective, including optical microscopy, optical macroscopy, scanning electron microscopy, Vickers micro-hardness, X-ray diffraction, corrosion tests and a bending test. The two dissimilar materials were successfully welded, demonstrating all the microstructural, mechanical and chemical evolutions in the welded joint.

Key words: Solid-state diffusion, welding, Alumina, Aluminum, Mechanical properties

ملخص

كان الهدف الرئيسي من هذه الأطروحة هو دراسة تأثير الزمن على اللحام بالانتشار في الحالة الصلبة لمادتين غير متشابهتين بخصائص فيزيائية كيميائية مختلفة تمامًا: الألومينا كمادة خزفية (Al_2O_3) وسبائك الألومنيوم 6060. استُخدمت تقنيات توصيف مختلفة لتحقيق هدفنا، بما في ذلك الفحص البصري المجهرى، والفحص المجهرى البصري، والفحص المجهرى الإلكتروني، والصلابة الدقيقة فيكرز، وانحراف الأشعة السينية، واختبارات التآكل واختبار الثني. تم لحام المادتين غير المتشابهتين بنجاح، مما سمح لنا بإظهار جميع التطورات البنيوية المجهرية والميكانيكية والكيميائية في الوصلة الملحومة.

الكلمات المفتاحية: انتشار الحالة الصلبة، اللحام، الألومينا، الألومنيوم، الخواص الميكانيكية

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I-1 : Paramètres de soudage par diffusion pour un couple des métaux similaires et dissimilaires	11
Tableau I-2 : Quelques valeurs de températures appliquées pour souder par diffusion à l'état solide.....	13
Tableau I-3 : Temps de soudage de quelques matériaux dissimilaires soudés par le soudage par diffusion.....	14
Tableau I-4 : Quelques matériaux soudés par le soudage par diffusion.....	16
Tableau I-5 : Sélection de couples de métaux pouvant être assemblés par diffusion à l'état solide [1].....	17
Tableau II-1 : Tableau II.1. Réactions de formation des différentes structures métastable Al_2O_3 à partir des hydroxydes et séquences de transformations de phase vers la phase stable $\alpha-Al_2O_3$. [3].....	25
Tableau II-2 : Quelques propriétés physiques pour l'alumine [4].....	26
Tableau II-3 : Quelques propriétés mécaniques de l'alumine [4].....	26
Tableau II-4 : Quelques propriétés électriques de l'alumine [4].....	27
Tableau II-5 : Quelques propriétés thermiques de l'alumine [4].....	27
Tableau II-6 : Composition chimique en % massique d'un alliage 6060.....	29
Tableau II-7 : Quelques propriétés physiques de la série 6060.....	29
Tableau II-8 : Quelques propriétés mécaniques de la série 6060.....	30
Tableau II-9 : Composition chimique par EDS des zones dans la Figure II.9.....	34
Tableau III-1 : Composition chimique de l'alliage d'aluminium 6060 (déterminée par XRF).....	41
Tableau III-2 : Composition chimique de l'alumine (déterminée par XRF).....	41
Tableau III-3 : Conditions de soudage par diffusion de l'alumine avec l'alliage d'aluminium 6060.....	43
Tableau III-4 : Paramètres expérimentaux appliqués pour chaque technique.....	56
Tableau IV-1 : Les différentes concentrations élémentaires de l'interface liée l'alumine à AA6060, soudés par diffusion à l'état solide à 600°C pendant différent temps 2 min, 3 min, 4 min et 5 min.....	71
Tableau IV-2 : Valeurs de coefficient de diffusion de Al et O dans l'échantillon soudé $Al_2O_3/AA6060$ pendant 5 min.....	71
Tableau IV-3 : Paramètres de polarisation potentiodynamique de divers échantillons en solution de NaCl à 3,5 % à température ambiante.....	76

LISTE DES FIGURES

Figure I-1 : Mécanismes de diffusion.....	5
Figure I-2 : Soudage par diffusion.....	8
Figure I-3 : Mécanisme de soudage par diffusion.....	9
Figure I-4 : Différentes étapes du procédé TLP selon [8] : (a) état initial, (b) dissolution du métal de base, (c) solidification isotherme, (d) fin de la solidification isotherme, (e) homogénéisation à l'état solide et (f) état final.....	10
Figure I-5 : Courbe montre la limite de soudabilité de l'acier 15CDV6.....	15
Figure I-6 : Images de l'interface soudée obtenues par MEB à 430 °C pendant 60 min (a), 430 °C pendant 120 min (b), 440 °C pendant 60 min (c), 440 °C pendant 120 min (d), 450 °C pendant 60 min (e), et 450 °C pendant 120 min (f).....	18
Figure I-7 : Image du joint à 800°C obtenue par MET montre la présence de Ti ₃ Al dans l'interface de soudage	19
Figure II-1 : Alumine sous forme poudre.....	24
Figure II-2 : Implants dentaires en alumine.....	28
Figure II-3 : Implants pour prothèse totale de hanche (gauche) et prothèse totale de genou (droit)...	27
Figure II-4 : Image obtenue par MEB présente la couche intermétallique formée entre l'alumine et AA7075.....	31
Figure II-5 : Variation de la résistance de cisaillement en fonction de temps de soudage.	31
Figure II-6 : Couche intermétallique formé lorsque le soudage par diffusion entre l'acier - l'alumine à 594 °C pendant 30min, x 480.....	32
Figure II-7 : Variation de l'épaisseur de la couche intermétallique formé au fonction de la température.....	32
Figure II-8 : Dispositif utilisé pour le soudage par diffusion de l'alumine / Ti6Al4V.....	33
Figure II-9 : Images obtenues par MEB des joints soudés (a) 950 °C pendant 60 min, (b) 1000 °C pendant 10 min, et (c) 1000 °C pendant 60 min.....	34
Figure II-10 : (a) Images SEM de l'interface produite avec un film mince de Ti traité à 1000 °C pendant 60 min, (b) EBSD Kikuchi du grain marqué comme 1 dans (a) indexé comme γ -TiAl, et (c) EBSD Kikuchi patterns du grain marqué comme 2 dans (a) indexé comme α_2 -Ti ₃ Al.....	35
Figure II-11 : Assemblage Si ₃ N ₄ -TiN / molybdène avec insert Fe-Cr-Al (a), et interface insert/molybdène (b).....	36
Figure II-12 : Microstructure de joint soudé TiC/Ti/Nb/acier inoxydable 304.....	37
Figure II-13 : Microstructure de joint soudé SiC/W/Ni/acier inoxydable.....	37

Figure II-14: Microstructure de joint soudé de composite à base de fer/YSZ.....	38
Figure III-1 : Configuration schématique du soudage par diffusion.....	42
Figure III-2 : Appareille des ultrasons.....	42
Figure III-3 : Dispositif de soudage par diffusion à l'état solide	43
Figure III-4 : Echantillons d'alliage d'aluminium 6060 et de l'alumine.....	44
Figure III-5 : Macroscopie optique NikonNMZ800N.....	45
Figure III-6 : Microscopie optique (NIKON ELIPSE LV100ND).....	46
Figure III-7 : Schéma de principe d'un Microscopie Électronique à Balayage (MEB).....	47
Figure III-8 : Interactions entre un faisceau d'électrons incidents (e_i) et la surface d'un échantillon.....	48
Figure III-9 : Microscopie électronique à balayage de type Prisma E.....	49
Figure III-10 : Préparation de l'échantillon pour l'observation au MEB.....	49
Figure III-11 : Schéma représentant le principe de la loi de Bragg.....	50
Figure III-12 : Diffractomètre de rayons X de marque BRUCKER modèle D8 DISCOVER	51
Figure III-13 : Essai de microdureté.....	52
Figure III-14 : Microduromètre de marque Mitutoyo HM 100.....	52
Figure III-15 : Electrodes de travail.....	53
Figure III-16 : AUTOLAB Potentiostat galvanostat, b) : Disposition des électrodes.....	54
Figure III-17 : Test de flexion simple	56
Figure IV-1 : Microstructures de l'alumine soudée à l'alliage d'aluminium 6060 à 600 °C pour différents temps de soudage (a) : 2 min, (b) : 3 min, (c) : 4 min, et (d) : 5min. (sans attaque chimique).....	60
Figure IV-2 : Agrandissement d'une zone choisie de l'interface du joint soudé à 600 °C pendant 5 minutes.....	61
Figure IV-3 : Illustration du joint soudé Aluminium/Alumine	62
Figure IV-4 : Microstructures du joint soudé alliage d'aluminium /Alumine.....	63
Figure IV-5 : Microstructures de l'alumine soudée à AA6060 à 600 °C pour différents temps de soudage (a) : 2 min, (b) : 3 min, (c) : 4 min, et (d) : 5 min.....	64
Figure IV-6 : Évolution de la microstructure de l'interface Alumine/ AA 6060 à 600 °C pour différents temps de soudage (a) : 2 min, (b) : 3 min, (c) : 4 min, et (d) : 5 min...	65
Figure IV-7 : Macrostructures de l'alumine soudée à l'alliage d'aluminium 6060 à 600 °C pour différents temps de soudage (a) : 2 min, (b) : 3 min, (c) : 4 min, et (d) : 5 min.....	66

Figure IV-8 : Cartographie X de l'échantillon soudé à 3 min.....	67
Figure IV-9 : Analyse EDS le long de l'alumine soudée à l'alliage d'aluminium 6060 à 600 °C pour différents temps de soudage (a) : 2 min, (b) : 3 min, (c) : 4 min, et (d): 5 min.....	69
Figure IV-10 : Diffractogrammes des rayons X de l'alumine soudé à AA6060 à 600 °C pour différents temps de soudage (a) : 2 min, (b) : 3 min, (c) : 4 min, et (d) : 5 min.....	73
Figure IV-11 : Courbes de microdureté de l'alumine soudé avec AA6060 à 600 °C pour différents temps de soudage (a) : 2 min, (b) : 3 min, (c) : 4 min, et (d) : 5 min.....	74
Figure IV-12 : Courbes de polarisation de l'alumine soudée avec AA6060 à 600 °C pour différents temps de collage : 3 min, 4 min et 5 min	75
Figure IV-13 : Les deux facies des deux matériaux dissimilaires après le test de flexion	76

Table des matières

Sommaire

Introduction Générale.....	1
Chapitre I : Soudage par diffusion à l'état solide.....	3
Introduction.....	4
I.1. Théorie de la diffusion atomique	4
I.1.1. Définition de la diffusion.....	4
I.1.2. Mécanismes de la diffusion atomique.....	4
I.1.2.1 . Première lois de la diffusion atomique	5
I.1.2.2 . Deuxième lois de la diffusion atomique	6
I.2. Soudage par diffusion.....	7
I.2.1. Définition.....	7
I.2.2. Principe et mécanisme de soudage par diffusion	8
I.2.2. 1. Principe de soudage par diffusion	8
I.2.2. 2. Mécanisme de soudage par diffusion	8
I.2.2. 2.1. Soudage par diffusion en phase solide.....	9
I.2.2. 2.2 . Soudage par diffusion en phase liquide transitoire	9
I.2.3. Paramètres du procédé de soudage par diffusion à l'état solide	10
I.2.3.1. Température	11
I.2.3.2. Temps.....	13
I.2.3.3. Pression	14
I.2.3.4. Atmosphère	15
I.2.3.5. Etat de surface.....	15
I.3. Applications de soudage par diffusion sur quelques matériaux.....	15
I.4. Domaines d'application	19
I.4.1. Avantages du soudage par diffusion	20
I.4.2. Limites du procédé de soudage par diffusion.....	20
Chapitre II : Soudage par diffusion à l'état solide de la céramique avec quelques métaux.	23
Introduction.....	24
II.1. Propriétés et caractéristiques de l'alumine	24
II.1.1. Définition.....	24
II.1.2. Propriétés de l'alumine.....	24
II.1.2.1. Propriétés structurales de l'alumine	25
II.1.2.2. Propriétés physiques de l'alumine.....	26
II.1.2.3. Propriétés mécaniques de l'alumine	26
II.1.2.4. Propriétés électriques de l'alumine.....	26
II.1.2.5. Propriétés thermiques.....	27
II.1.2.6. Propriétés chimiques	27
II.1.3. Domaines d'application de l'alumine.....	27
II.2. Les alliages de la série 6060	28
II.2.1. Définition.....	28
II.2.2. Propriétés et caractéristiques de l'alliage 6060.....	29

II.2.2.1. Caractéristiques physiques	29
II.2.2.2. Caractéristiques mécaniques	30
II.2.2.3. Caractéristiques chimiques.....	30
II.2.3. Domaines d'application des alliages 6060.....	30
II.3. Soudage par diffusion céramique – métal.....	31
II.3.1. Soudage par diffusion Al ₂ O ₃ – Alliage d'aluminium	31
II.3.2. Soudage par diffusion Al ₂ O ₃ – acier inoxydable	32
II.3.3. Soudage par diffusion Al ₂ O ₃ – Alliage de titane	33
II.3.4. Soudage par diffusion Si ₃ N ₄ -TiN – molybdène.....	35
II.3.5. Soudage par diffusion TiC – Acier inoxydable	36
II.3.6. Soudage par diffusion YSZ– Composite à base de Fer	38
Chapitre III : Matériaux et Méthodes Expérimentales	40
Introduction.....	41
III.1. Matériaux étudiés.....	41
III.2. Procédé de soudage par diffusion	41
III.3. Préparation métallographique	44
III.4. Techniques de caractérisation.....	44
III.4.1. Microscopie optique.....	44
III.4.2. Macroscopie optique.....	45
III.4.3. Microscopie électronique à balayage MEB.....	47
III.4.4. Diffraction des rayons X.....	50
III.4.4.1. Définition.....	50
III.4.4.2. Principe	50
III.4.5. Microdureté Vickers	51
III.4.6. Tests de corrosion	52
III.4.6.1. Evolution du potentiel libre en fonction du temps.....	55
III.4.6.2. Mesures de Tafel	55
III.4.6.3. Spectroscopie d'impédance électrochimique	55
III.4.7. Test de flexion	56
Chapitre IV : Résultats et interprétation	58
Introduction.....	59
IV.1.Observations microstructurales.....	59
IV.2.Observation macrostructurale.....	66
IV.3.Microscopie électronique à balayage	67
IV.3.1. Répartition des éléments (Cartographie-X).....	67
IV.3.2. Spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS).....	68
IV.3.3. Calcul des coefficients de diffusion.....	70
IV.4.Diffraction des rayons X.....	72
IV.5.Micro-dureté Vickers	74
IV.6. Tests de Corrosion	75
IV.7. Test de flexion	76
Conclusion Générale	79

Introduction
Générale

Introduction Générale

En science des matériaux, les matériaux sont divisés en quatre familles : les matériaux céramiques, les matériaux organiques, les matériaux métalliques, et les matériaux composites. En ce qui nous concerne, les matériaux métalliques et les matériaux céramiques sont deux matériaux largement utilisés dans l'industrie. Chaque matériau a ses avantages et ses inconvénients en termes de propriétés chimiques, physiques et mécaniques, c'est-à-dire que chaque matériau a ses propriétés faibles et fortes. Les métaux sont solides, durs et bons conducteurs d'électricité mais, en général, leurs propriétés face à la corrosion et aux températures élevées sont plutôt médiocres. Les céramiques peuvent être utilisées dans un environnement agressif ou dans des conditions sévères telles que des températures élevées. L'inconvénient est qu'il s'agit de matériaux fragiles.

L'établissement d'une liaison entre la céramique et le métal permet de tirer pleinement parti des avantages complémentaires des deux matériaux en termes d'économie et de performance mais il reste encore plusieurs problèmes à résoudre pour obtenir une liaison parfaite. L'inadéquation de la dilatation thermique entre la céramique et les métaux est l'un d'entre eux. Lorsque les joints sont collés à des températures élevées, le décalage des dilatations thermiques produit une forte concentration de contraintes dans les joints. Cette contrainte entraîne parfois des dommages mortels dans les joints sans qu'aucune force ne soit appliquée. Il est donc nécessaire de compenser ce décalage pour obtenir des joints à haute résistance.

Plusieurs techniques ont été utilisées pour souder les céramiques aux métaux, telles que le brasage et la soudure avec ondes ultrasoniques et le soudage par diffusion en phase solide. Le soudage par diffusion en phase solide est une méthode appropriée pour assembler les céramiques aux métaux, contrairement aux méthodes de soudage par fusion conventionnelles de soudage par fusion telles que le soudage à l'arc, le soudage par faisceau d'électrons et le soudage au laser, qui ne conviennent pas pour relier efficacement les céramiques et les métaux. Le soudage par diffusion est largement utilisé pour l'assemblage de matériaux à haute résistance et réfractaires dans les secteurs de l'aérospatiale, de la médecine et du nucléaire. L'aérospatiale, la médecine et le nucléaire.

Ce travail de thèse a pour but l'étude de soudage par diffusion à l'état solide d'un alliage d'aluminium à un matériau céramique.

Pour atteindre nos objectifs, les méthodes de caractérisation suivantes ont été utilisées:

- Etude microscopique.
- Macroscopie optique.
- Microscopie Electronique à balayage
- Diffraction des rayons X
- Microdureté Vickers
- Tests de corrosion.
- Test de flexion

Le manuscrit est structuré comme suit :

- Chapitre I : Soudage par diffusion à l'état solide,

Dans ce chapitre on s'intéresse à la théorie de la diffusion atomique suivie de la théorie de soudage par diffusion et son application pour le soudage des matériaux similaires et dissimilaires.

- Chapitre II: le soudage par diffusion à l'état solide de la céramique avec quelques métaux.

Ce chapitre est reparti en deux parties. La première partie présente les propriétés et les caractéristiques de la céramique et les alliages d'aluminium. La deuxième partie est consacrée aux travaux de recherche sur le soudage par diffusion à l'état solide de la céramique avec quelques métaux.

- Chapitre III : Matériaux et Méthodes expérimentales,

Dans ce chapitre, on présente les deux matériaux utilisés, le procédé de soudage par diffusion à l'état solide et leurs conditions et ainsi les différentes techniques de caractérisation.

- Chapitre IV : Résultats et interprétation.

Ce chapitre englobe les résultats obtenus. Les résultats ont été présentés, discutés et aussi comparés à d'autres travaux antérieurs.

Enfin, une conclusion générale conclura cette thèse en soulignant les principaux résultats et les perspectives possibles.

Chapitre I

Soudage par diffusion à l'état solide

Introduction

Dans ce chapitre, on présente une introduction sur la théorie de la diffusion atomique suivie de la théorie de soudage par diffusion et son application pour le soudage des matériaux similaires et dissimilaires.

I.1. Théorie de la diffusion atomique

I.1.1. Définition de la diffusion

La diffusion est définie comme le mécanisme par lequel la matière passe à travers la matière. La migration des atomes et des molécules dans les gaz, les liquides et les solides est constante au fil du temps. Dans les gaz, le mouvement atomique est relativement rapide que dans les liquides et les solides. Les mouvements atomiques sont limités en raison de la liaison aux positions d'équilibre. Cependant, les vibrations thermiques se produisant dans les solides permettent à certains atomes de se déplacer. La diffusion des métaux et des alliages est particulièrement importante puisque la plupart des réactions à l'état solide impliquent des mouvements atomiques [1]. Les phénomènes de diffusion régissent la cinétique de nombreux processus métallurgiques tels que :

- la solidification,
- l'homogénéisation par recuit des alliages,
- les transformations de phases (à l'exception des transformations martensitiques),
- la précipitation,
- la restauration,
- la recristallisation.

I.1.2. Mécanismes de la diffusion atomique

Il existe deux mécanismes principaux de diffusion des atomes dans un réseau cristallin : Lacunaire ou diffusion de substitution, et Mécanisme interstitiel (**Fig. I-1**) [2] :

- **Lacunaire ou diffusion de substitution**

Dans les matériaux contenant des lacunes, les atomes se déplacent ou sautent d'une position du réseau à une autre. Ce processus est connu sous le nom d'autodiffusion. Dans

l'autodiffusion et la diffusion impliquant des atomes substitutionnels, un atome quitte son réseau pour combler une lacune proche. À mesure que la diffusion se poursuit, nous avons des flux d'atomes et de lacunes à contre-courant, appelés diffusion de lacunes.

Les lacunes dans les métaux et les alliages sont des défauts d'équilibre et, par conséquent, certaines sont toujours présentes pour permettre une diffusion substitutionnelle vers les atomes. À mesure que la température du métal augmente, davantage de lacunes sont présentes et plus d'énergie thermique est disponible, de sorte que le taux de diffusion est plus élevé à des températures plus élevées.

-Diffusion interstitielle

La diffusion interstitielle des atomes dans les réseaux cristallins a lieu lorsque les atomes se déplacent d'un site interstitiel vers un site interstitiel voisin sans déplacer de manière permanente aucun des atomes du réseau cristallin matriciel.

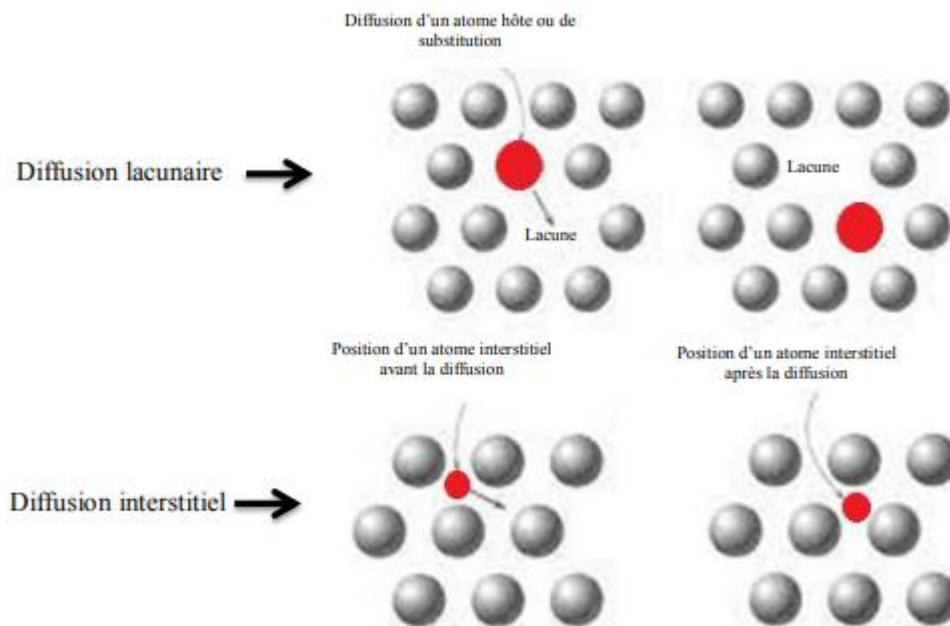


Figure I-1 : Mécanismes de diffusion

I.1.2.1 Première loi de la diffusion atomique

La première loi de Fick est également appelée état d'équilibre faible et, selon cette loi, le flux s'écoule d'une région à forte concentration vers une région à basse pression avec une pression équivalente au gradient de concentration ou, en d'autres termes, le flux est directement proportionnel au gradient de concentration. Soit $C(x, t)$ leurs concentrations, en

existence de gradient de concentration, le flux est :

$$\mathbf{J} = -\mathbf{D} \left(\frac{\partial C}{\partial x} \right) \quad (\text{I. 1})$$

J : Flux de particules de diffusion [$\text{mol.m}^{-2} .\text{s}^{-1}$]

C : concentration [mol.m^{-3}]

x : distance [m]

D : coefficient de diffusion, est pour chaque élément, s'écrit en m^2 / s . C'est une caractéristique de mobilité des atomes. Le coefficient de diffusion est lié à la température par une équation d'Arrhenius :

$$\mathbf{D} = \mathbf{D}_0 \exp \left(-\frac{E_a}{K_B T} \right) \quad (\text{I. 2})$$

D_0 (m^2 / s) est le facteur de fréquence, est qui est égale au coefficient de diffusion pour une température infinie. C'est une constante qui ne change pas avec la température. L'énergie d'activation E_a (eV) de la diffusion ne dépend pas de la température,

K_B : constante de Boltzmann

T(K) : température absolue de diffusion.

Remarque :

- Lorsque la température est élevée, l'énergie thermique permet aux atomes pour surmonter la barrière potentielle et passer plus facilement à un nouveau réseau site .
- À haute température, le coefficient de diffusion augmente, provoquant flux d'atomes plus important.
- A basse température (environ 0,4 de T_f) la diffusion n'est pas significative.

I.1.2.2 Deuxième loi de la diffusion atomique

La seconde loi de Fick est appelé aussi l'équation de diffusion .Elle exprime en tout point x la variation temporelle de la concentration en fonction de sa variation spatiale au voisinage de ce point [2].

La deuxième loi de Fick exprime en régime transitoire et pas un régime permanent où l'on considère $\partial c / \partial x \neq 0$. La variation de la concentration C en fonction du temps s'écrit:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\frac{\partial C}{\partial x} \right) \quad (\text{I.3})$$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \left(\frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \right) \quad (\text{I.4})$$

On peut résoudre cette équation différentielle (sur la concentration en fonction de la position et le temps) lorsque les conditions aux frontières et aux conditions initiales sont définies. Une solution importante en pratique peut être obtenue pour un solide semi-infini dans lequel la concentration superficielle reste constante. La source des éléments diffusants est souvent une phase à l'état gazeux, dont la pression partielle est fixe. De plus les hypothèses suivantes sont posées :

1. Avant la diffusion, tous les atomes du soluté qui diffuse dans le solide sont répartis d'une manière uniforme selon une concentration C_0 .
2. La valeur de x à la surface est égale nulle et elle croît avec la distance de déplacement dans le solide.
3. Le temps nul représente l'instant du début de la diffusion. Les conditions aux frontières sont:

Si $t = 0$, $C = C_0$ lorsque $0 \leq x \leq \infty$

Si $t > 0$, $C = C_s$ (concentration superficielle constante) lorsque $x = 0$ $C = C_0$ lorsque $x = \infty$

Donc la solution devient :

$$\frac{C_x - C_0}{C_s - C_0} = 1 - \text{erf} \left[\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right] \quad (\text{I.5})$$

C_x est la concentration à une distance x

I.2. Soudage par diffusion

I.2.1. Définition

Le soudage par diffusion est une méthode de soudage à l'état solide par lequel deux matériaux (similaires ou dissimilaires) peuvent être liés l'un à l'autre [3]. Pour réaliser ce procédé il faut positionner deux surfaces l'une en face de l'autre en exerçant un effort tout

en les introduisant dans une four portée à très haute température en induisant une diffusion réciproque des atomes à l'interface du joint soudé (Fig. I-2).

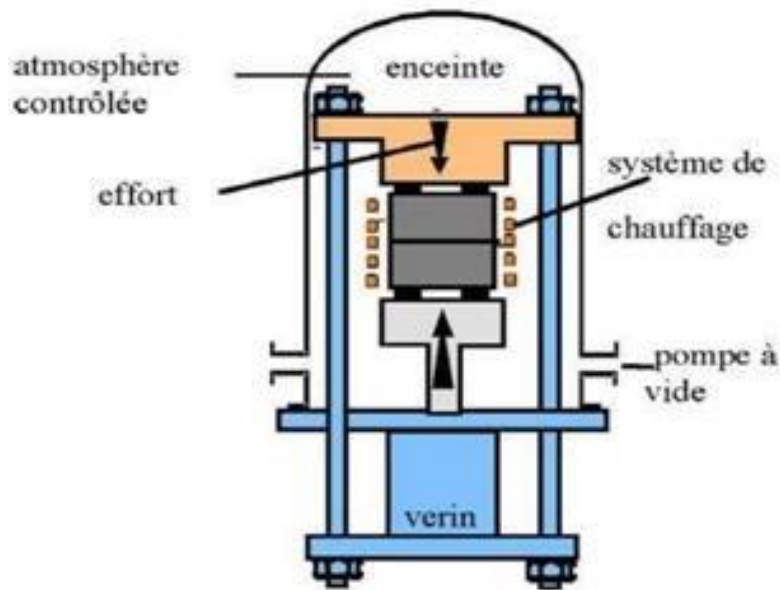


Figure I-2 : Soudage par diffusion [3]

I.2.2. Principe et mécanisme de soudage par diffusion

I.2.2.1 Principe de soudage par diffusion

Le principe de soudage par diffusion consiste à mettre en contact deux matériaux sous une charge à une température élevée dans une atmosphère de gaz inerte ou généralement sous vide. Ce type de soudage peut réaliser pendant une durée de maintien 1 et 60 minutes, tout en dépend des matériaux à souder [4].

I.2.2.2 Mécanismes de soudage par diffusion

La méthode de soudage par diffusion (en anglais Diffusion Bonding (DB)), un type des procédés de soudage en phase solide, présente beaucoup de similitude avec celui de soudure avec phase liquide transitoire (Transient Liquid Phase Bonding (TLP)) [5]. Généralement, le terme de soudure DB souvent associé à la soudure à l'état solide, est utilisé lorsque la zone de réaction ne comprend pas d'interface, alors que le terme de soudure TLP est utilisé lorsque de nouvelles phases sont formées à partir d'une phase liquide transitoire. Les deux termes sont néanmoins de plus en plus utilisés comme des synonymes, d'autant plus que la formation de nouvelles phases est fréquente, même lorsque celles-ci ne sont pas désirées. Le procédé DB a initialement été présenté par Kazakov [6] en 1953 alors que le TLP a été décrit en 1974 par Duvall et al [7] pour des soudures de superalliages à base de nickel.

I.2.2.2.1 Soudage par diffusion en phase solide

La technique de soudage par diffusion à l'état solide a été divisée en une succession des étapes [8] et qui sont les suivantes (Fig. I-3) :

Dans l'étape (1), la partie chauffée est chauffée et comprimée pour former une partie de contact par déformation plastique, et en même temps, le film d'oxyde est détruit comme indiqué dans (2). Si la température et la pression sont maintenues telles quelles, le vide se contracte sous l'effet de la déformation par fluage près de l'interface de liaison et de la diffusion des atomes. Parallèlement, la destruction et la décomposition du film d'oxyde se poursuivent. En conséquence, les surfaces métalliques propres augmentent et la disposition atomique au niveau de l'interface de liaison se rapproche de la limite des grains. À mesure que le temps s'écoule, comme indiqué en (3), les grains de cristal se développent à travers l'interface de liaison pour devenir (4).

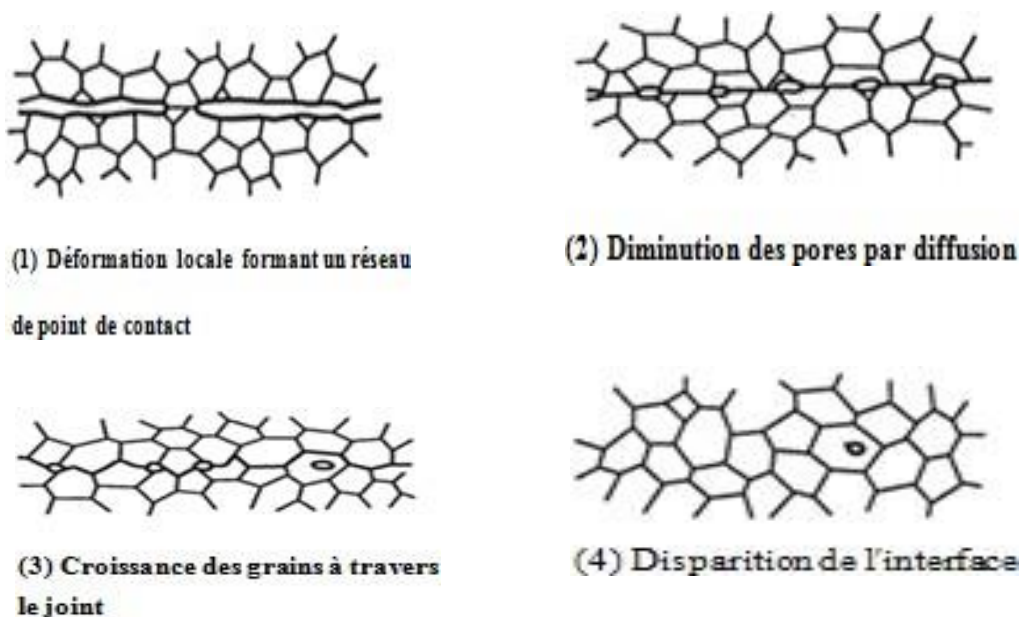


Figure I-3 : Mécanisme de soudage par diffusion [5].

I.2.2.2.2 Soudage par diffusion en phase liquide transitoire :

Le procédé TLP est divisé aussi en quatre étapes [9] (Fig. I-4). Premièrement, une couche mince d'un métal avec une température de fusion moins élevée est intercalée entre deux pièces du métal de base. En chauffant à la température de soudure, les deux métaux interdiffusent et cette couche fond rapidement (étape 1). Ensuite, le métal de base est dissous et l'épaisseur de liquide croît jusqu'à ce que celui-ci soit saturé (étape 2). Après, la

solidification isotherme (étape 3) et si le joint est maintenu suffisamment longtemps à la température de soudure, sa composition est finalement homogénéisée par diffusion à l'état solide (étape 4)

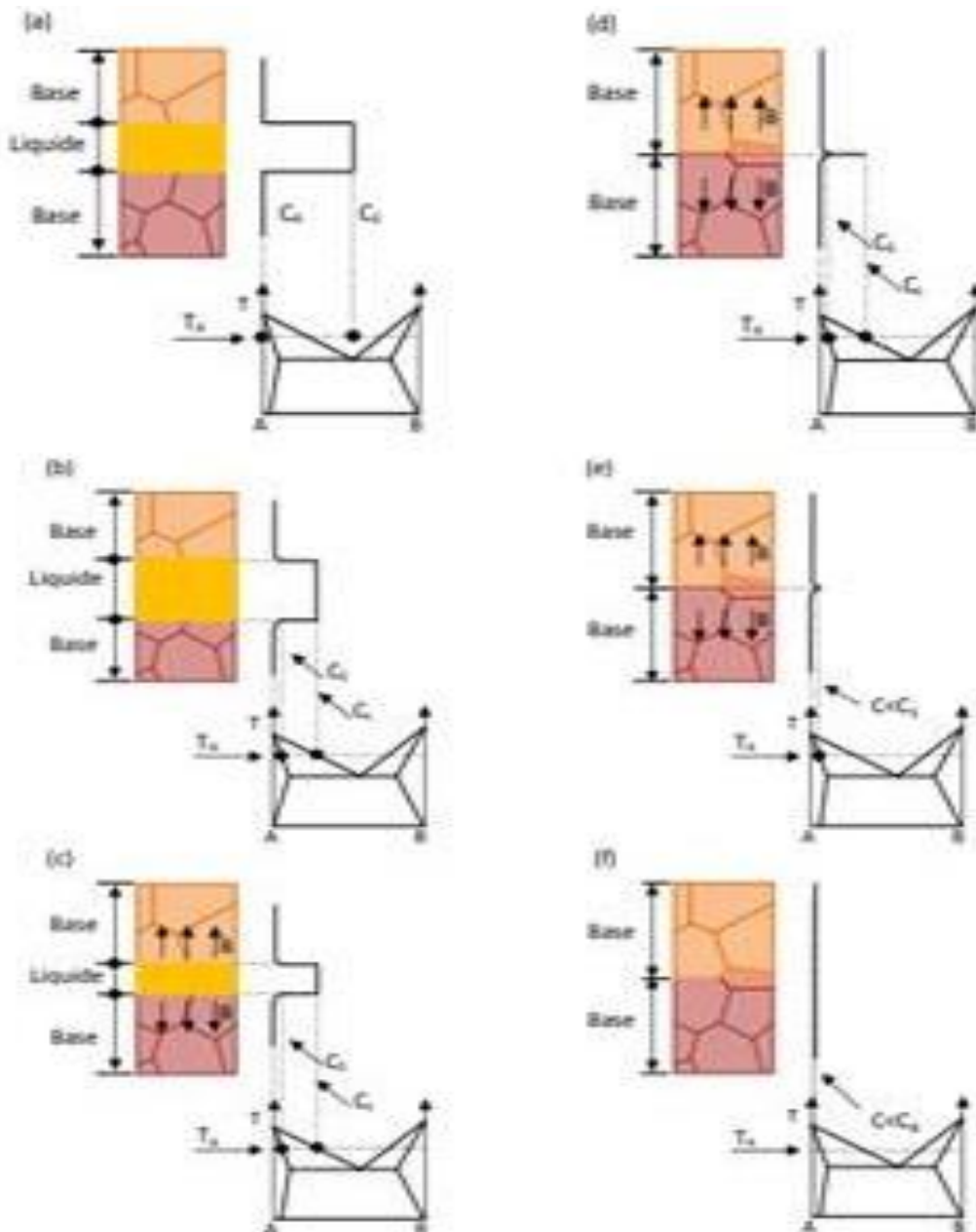


Figure I-4 : Différentes étapes du procédé TLP selon [9] : (a) état initial, (b) dissolution du métal de base, (c) solidification isotherme, (d) fin de la solidification isotherme, (e) homogénéisation à l'état solide et (f) état final.

I.2.3. Paramètres du soudage par diffusion à l'état solide

Les paramètres les plus importants à optimiser dans le soudage par diffusion à l'état solide sont :

- Température ;
- Temps ;
- Pression ;
- Atmosphère ;
- L'état de surface ;

Quelques valeurs de ces paramètres de soudage par diffusion pour un couple des métaux similaires et dissimilaires sont citées dans le tableau **I-1** :

Tableau I-1 : Paramètres de soudage par diffusion pour un couple des métaux similaires et dissimilaires [3].

Métal 1	Métal 2	Métal d'apport	Température (°C)	Pression (N/mm ²)	Temps (min)
Cuivre	Molybdène	-	900	7,35	10
Cuivre	Acier	-	900	4,9	10
Cuivre	nickel	-	900	14,7	20
Cuivre	Cuivre	-	800-850	4,9-6,9	15-20
Titanium	nickel	-	800	9,8	10
Titanium	Cuivre	Molybdène	950	4,9	30
Titanium	Cuivre	Niobium	950	4,9	30
Titanium	Cuivre	-	800	4,9	30
Molybdène	Acier	-	1200	4,9	10
Molybdène	Molybdène	Titanium	915	6860	20
Tungstène Tantale	Tungstène	Niobium	925	6860	20
Niobium	Tantale	zirconium	870	-	-
Alliages de zirconium	Niobium	Zirconium	870	-	-

I.2.3.1 Température

Dans le procédé de soudage par diffusion, la température joue un rôle très important, à savoir contrôlez le mouvement et le comportement des atomes dans le réseau cristallin. Il faut avoir une énergie presque égale à l'énergie de cohésion du réseau pour rompre les liaisons interatomiques. L'effet de la température sur la diffusivité des atomes suit une loi d'Arrhenius, qui s'exprime par la relation suivante:

$$D = D_0 \exp (-Q/RT) \quad (I.6)$$

Où :

Q est l'énergie d'activation, est l'énergie de liaison entre les atomes, exprimée en J/mol.

R : la constante des gaz parfaits (8,32 J/mol.K).

T : la température en Kelvin.

D_0 : une grandeur qui ne dépend pas de la température mais dépend de la concentration (cm^2/s).

La loi d'Arrhenius (I-6) montre que si on augmente la température on aura nécessairement une augmentation rapide du processus de diffusion. Pour cela, plusieurs auteurs [11, 12] ont estimé que la température de soudage est entre 0,5 et 0,8 de la température de fusion (T_f) du matériau. L'effet de la température est fonction de la contrainte d'accostage. Pour rompre les liaisons entre les atomes il faut que le contact physique appliqué permet aux atomes situés de part et d'autre de l'interface soit très rapproché pour que les forces d'attractions aient un effet. Cependant, l'élévation de la température et de la contrainte sont choisis en prenant en considération les propriétés physicochimiques des matériaux, pour éviter des déformations des pièces à assembler. Par exemple, l'aluminium est un métal qui flue à des températures moyennes conduisant des déformations importantes [13]. Le tableau I-2 rassemble quelques valeurs de température utilisé pour souder par diffusion quelques matériaux.

Tableau I-2 : Quelques valeurs de températures appliquées pour souder par diffusion à l'état solide certains matériaux.

Matériaux	T de soudage (°C)	Références
AA6061 renforcé par SiC	520	[14]
Al1100 -acier doux	600	[15]
X70-acier inoxydable duplex	1150	[16]
AA2000 – Cuivre	450, 475, 500 et 525	[17]
Zr-Ta	940°C - 950	[11]
7075 Al –AZ31B Mg	430 -450	[18]

I.2.3.2 Temps

La durée du processus de soudage par diffusion, souvent appelée temps de maintien ou de séjour, est un paramètre important. Il faut suffisamment de temps pour que la diffusion atomique se produise et crée un lien fort entre les matériaux. Le temps de maintien est généralement déterminé en fonction des matériaux à assembler et de leurs caractéristiques de diffusion. Pour une diffusion unidirectionnelle la distance moyenne traversée par un atome s'écrit [5]:

$$X = K\sqrt{Dt} \quad (I.7)$$

Où :

X : la distance moyenne parcourue par un atome exprimée en μm .

K : une constante.

D : coefficient de diffusion (cm^2/s).

t: temps de diffusion en s.

Quelques valeurs expérimentales du temps de soudage utilisés pour souder par diffusion certains matériaux sont mentionnés dans le Tableau I-3.

Tableau I-3 : Temps de soudage de quelques matériaux dissimilaires soudés par le soudage par diffusion.

Matériaux	Temps de soudage	Références
Alliage d'aluminium renforcé par SiC	2 h	[14]
AA1100 -acier doux	15,25 et 30 min	[15]
X70-acier inoxydables duplex	45, 120 et 300 min	[16]
Alliage d'aluminium (2000) -Cuivre	15 à 240 min	[17]
Alliage d'aluminium- Alliage de magnésium	60-120 min	[18]

I.2.3.3 Pression

Une pression est appliquée pendant le soudage par diffusion pour assurer un contact intime entre les surfaces de contact. Il contribue à améliorer la diffusion atomique en éliminant les vides ou les interstices. La pression appliquée doit être suffisante pour favoriser un contact intime et faciliter le mouvement atomique sans provoquer de déformation ou d'endommagement des matériaux.

Il est connu que le contact entre les surfaces à souder est assuré par énergie thermique (la température) et de la pression d'accostage (sous forme d'énergie mécanique).

Par exemple, la courbe de la limite de soudabilité par diffusion de l'acier 15CDV6 (Fig. I-5) obtenue par Y.Jouffrey et al.[8] montre l'évolution de la température de soudage et de la contrainte de compression. Donc, le soudage par diffusion est basé sur un contrôle des précédents paramètres, et la réussite de soudage résulte de la contribution des divers paramètres.

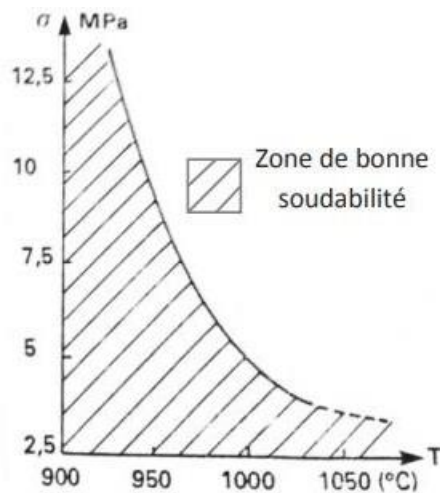


Figure I-5 : Courbe montre la limite de soudabilité de l'acier 15CDV6 [8]

I.2.3.4 Atmosphère

Les pièces sont normalement soudées sous atmosphère protectrice ou sous vide pour éviter la possibilité de l'influence de l'environnement sur les échantillons soudés.

I.2.3.5 Etat de surface

Le soudage par diffusion nécessite des exigences à la surface assez élevées. Le processus nécessite la désoxydation et le dégraissage des surfaces. Pour réduire le nombre d'atomes à déplacer et augmenter la courbure de la surface initiale des pores, la rugosité doit être très faible. Cependant, une plus grande rugosité entraîne plus de déformation dans les points de contact, ce qui permet d'établir un joint par déformation et contact des parties non-contaminées.

Les oxydes ou les carbures et autres composés stables aux interfaces sont des véritables obstacles à l'établissement de soudures car ils bloquent la diffusion absolument nécessaire à l'établissement d'une continuité à l'échelle atomique. Ces composés doivent être éliminés dans la préparation de surface préalable au soudage soit par un décapage en bain acide ou des décapages en atmosphère fluorée. Ces derniers sont aussi possibles avant ou pendant les premiers stades du cycle d'assemblage, au début du chauffage.

I.3. Applications de soudage par diffusion sur quelques matériaux

On note que le procédé de soudage par diffusion à l'état solide a été appliqué pour assembler certains matériaux similaires et dissimilaires. Le tableau I-4 rassemble une liste de quelques métaux assemblés par ce procédé.

Tableau I-4 : Quelques matériaux soudés par le soudage par diffusion

Matériaux	Référence
X70 – acier inoxydable duplex	[16]
Alliage d'aluminium –Cuivre	[17]
Alliage d'aluminium Al6061 renforcé par SiC	[14]
Alliage d'aluminium 1100-acier doux	[15]
Alliage d'aluminium 7075 –Alliage de magnésium	[18]
Nitride de silicium-Fe	[19]
Carbure de silicium - Mo	[20]
Nitride de silicium-V	[21]
Nitride de silicium-Cr	[22]
L'alliage de titane (Ti-6Al-4V) –Acier inoxydable	[23]
Al ₂ O ₃ - Acier inoxydable 304	[24]
Nitride de silicium –Ni	[25]
Al ₂ O ₃ - Ti	[26]

Le Tableau I-5 indique une sélection d'assemblages par diffusion, possibles directement entre métaux. Il est impossible d'assembler des métaux présentant une tendance marquée à la formation d'intermétalliques fragiles épais et faisant obstacle à l'interdiffusion, ou des métaux pour lesquels l'interdiffusion à chaud est trop limitée (moins de 0,3 µm) dans des temps raisonnables (cas du soudage par diffusion de matériaux réfractaires).

Tableau I-5 : Sélection de couples de métaux pouvant être assemblés par diffusion à l'état solide [3].

	Al	Cu	Mo	Ni	Nb	Fe	Ta	Ti	W	Zr
X : assemblage par SD possible.										
Al	X	X		X		X				
	Cu	X	X	X		X		X	X	
		Mo	X			X	X		X	
			Ni	X	X	X		X	X	
				Nb	X				X	
					Fe	X		X		
						Ta	X	X		X
							Ti	X		
								W	X	
									Zr	X

Par exemple, Azizi et Alimardan [18], ont étudié le soudage par diffusion à l'état solide de 7075Al avec l'alliage de magnésium AZ31B Mg. Dans cette étude, ils ont varié la température de soudage (430, 440 et 450 °C) et le temps de soudage (60 et 120 min) (Fig. I-6). Ils ont prouvé que l'alliage 7075 Al et l'alliage AZ318 Mg ont été liés avec succès par le soudage par diffusion. Pour un temps de soudage de 60 min, l'augmentation de la température de 400 à 450 °C conduit à un plus d'atomes diffusant à travers l'interface, et l'épaisseur de la couche ITZ (zone de transition interfaciale) augmente de 6%. Mais cela augmente de 26% pour le temps de soudage 120 min. Cette découverte montre que l'augmentation de la température associée à la sélection du temps de soudage approprié peut avoir un effet remarquable sur l'épaisseur de la couche ITZ (Fig. I-7). L'analyse de la composition chimique par EDS des joints montre que les couches formées dans la zone A, B et C du côté Mg vers le côté Al sont des intermétalliques γ ($Al_{12}Mg_7$), d'un mélange de γ et β (Al_3Mg_2) avec un fraction massique plus élevée de β , respectivement.

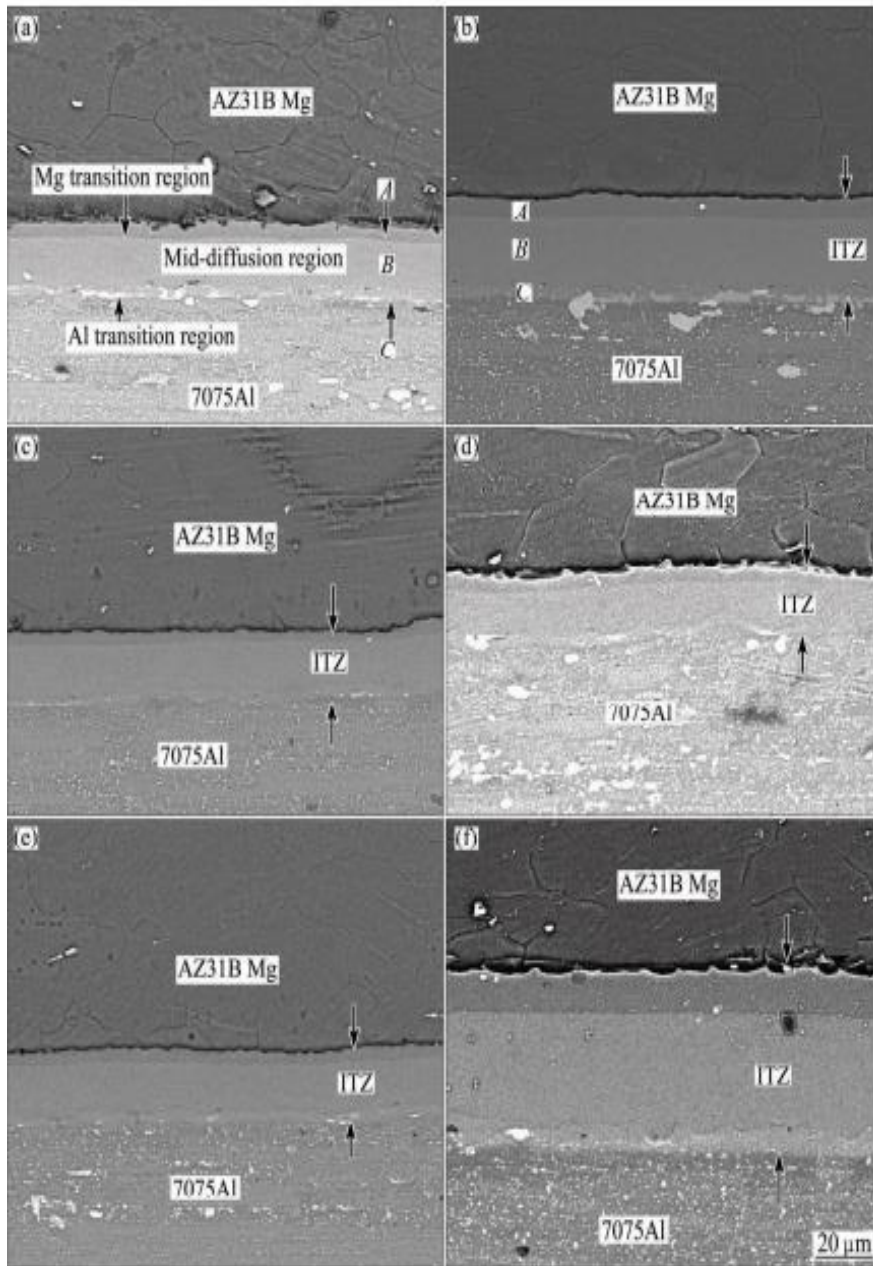


Figure I-6 : Images de l'interface soudée obtenues par MEB à 430 °C pendant 60 min (a), 430 °C pendant 120 min (b), 440 °C pendant 60 min (c), 440 °C pendant 120 min (d), 450 °C pendant 60 min (e), et 450 °C pendant 120 min (f)[18]

Un autre exemple, Kliauga et Ferrante [26], ont étudié le soudage d'oxyde d'aluminium avec le titane .Ils ont varié la température de soudage (800, 900 et 1000 °C) et la durée de soudage (3,2 et 2 h respectivement).Ce soudage par diffusion est appliqué sous une pression de 15 MPa. Ils ont remarqué la formation d'une phase intermétallique Ti_3Al

au niveau de l'interface à une température de 800°C et une durée de 3h (Fig. I-7).

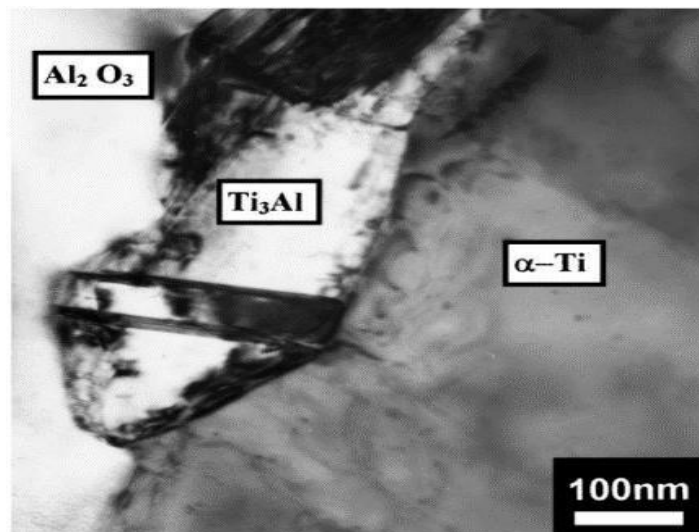


Figure I-7 : Image du joint à 800°C obtenue par MET montre la présence de Ti_3Al dans l'interface de soudage [26].

I.4. Domaines d'application

Le soudage par diffusion à l'état solide s'applique dans plusieurs domaines industriels. Il est appliqué dans les domaines suivants [3,27, 28] :

- Dans l'ingénierie nucléaire, des assemblages de combustible, uranium ou son oxyde, et de zircalloy ont été effectués pour des gainages de combustibles de même que des assemblages de hafnium (absorbeur de neutrons) et d'aciers inoxydables pour une application à des barres de contrôle.
- En microfluidique, les applications au soudage par diffusion de feuillards évidés ou gravés pour fabriquer des composants de micro fluidique (pour imprimantes à jets d'encre lab on a chip).
- Pour la réalisation de moteurs de fusées, les disques et d'aubes de turbines à gaz, composites et stratifiés.
- Pour la réalisation d'échangeurs de chaleur à haut rendement (réacteur ASTRID).
- Dans l'industrie électronique, il est utilisé pour la construction de capteurs d'analyse de l'oxygène.

I.4.1. Avantages du soudage par diffusion

La technique de soudage par diffusion possède beaucoup d'avantages [5] tels que:

- Assemblage de certains matériaux hétérogènes.
- Réalisation de liaison difficile à obtenir par les autres procédés de soudage ordinaire (métal / graphite ou métal / céramique).
- Pas de transformations de structure des matériaux par la chaleur.
- Les soudures obtenues sont de haute qualité car pas des pores et pas des inclusions.

I.4.2. Limites du procédé de soudage par diffusion

Comme tout procédé industriel et malgré ses avantages, le soudage par diffusion a des limites d'application [3] :

- Ce procédé de soudage est très cher car le coût d'équipements est généralement élevé.
- Il exige une bonne préparation des surfaces à assembler.
- Il est destiné vers les petites pièces.
- Le temps de soudage souvent très long.

Références

- [1] C. Crussard , “ Sur le mécanisme de la diffusion dans les solutions solides ”,Acta Metallurgica , 1954 , P 296-301
- [2] O .Foued, “ Contribution à l'étude de la croissance des cavités d'hydrogène dans les semi-conducteurs ” , Thèse de Doctorat , Université Ferhat Abbas-Sétif , 2011
- [3] Y Bienvenu, “ Assemblage par diffusion (soudage ou brasage) ”, technique d'ingénieur, 2010
- [4] E. Rigal, N. Bouquet, M. Bernacki, F.Bernard.,“ Etablissement et évolution des interfaces lors du soudage diffusion”. JA - Journées annuelles de la SF2M, Matériaux et conversion d'énergie, Oct 2015, Paris, France.
- [5] D .Aboudi ,“ Soudage diffusion par interposition d'éléments métalliques ”,Thèse de Doctorat , Université des sciences et technologies Houari Boumediene USTHB , 2017.
- [6]N . Kazakov,“Diffusion bonding of materials”,Mashinostroyente,Moscow, 1976
- [7]D .Duval, W .Owczarski, D. Poulinis, “TLP Bonding: a new method for joining Heat Resistant alloys”, Welding Journal, 53 (1974) 203-241.
- [8]Y .Jouffry ,“Soudage par diffusion au four sous vide”, Soudage et techniques connexes, JanvierFévrier 1989.
- [9] I .TuahPku, M.Dollar, and T .Massaski ,“A study of the transient liquid phase bonding process applied to a Ag/Cu/Ag sandwich joint”, Metallic Transaction , 1988,19A : 675-686.
- [10]W. Gale, D . Butts, “Transient liquid phase bonding” , Sci. Technol. Weld. Joining. 2004, 9: 285-300.
- [11] T. Devers, M. Hourcade, “ l'assemblage à l'état solide des couples Ti-Ta et Zr-Ta en 30 secondes par soudage diffusion dynamique” , février1991.
- [12] J. Blanc, Ph .Régnier, R Goff,“ fabrication par diffusion eutectique de jonctions tubulaires entre aciers inoxydables austénitiques et zirconium, alliages de zirconium ou titane” , Juin 1989. P. 371- 379.
- [13] T. Latouche, M.Cailler, S.Marya, “ Effet de certains paramètres opératoires sur le soudage par diffusion de l'alliage d'aluminium Al2017” , Soudage et techniques connexes, janvier- février 1989. 44-53.
- [14] W. Melik , “ Solid state diffusion welding of SiC reinforced aluminum alloy Al6061 ” , Thèse de Doctorat , Université Mohamed khider Biskra , 2022
- [15] R .khelfa , “ Soudage par diffusion a l'état solide des matériaux dissimilaires ” ,

- Mémoire de Master , Université Mohamed khider Biskra , 2020
- [16] L. Baghdadi , “ Soudage à l'état solide de deux aciers non semblables ”, Thèse de Doctorat , Université Mohamed khider Biskra , 2023
- [17] W. Bedjaoui , “ Soudage de deux métaux dissimilaires (Al/Cu) ” , Thèse de Doctorat , Université Mohamed khider Biskra , 2022
- [18] A. Azizi ,H .Alimardan, “ Effect of welding temperature and duration on properties of 7075 Al to AZ31B Mg diffusion bonded joint ” ,2016
- [19] D .Beaume, F. Frety, and C . Colin , “ Diffusion bonding of Si₃N₄ –TiN composite with nickel –based interlayers ” ,Metallurgical and Materials Transaction A, 34,8,1627-1636
- [20] A. Martinelli, L Drew, “ Microstructural development during diffusion bonded of silicon carbide to molybdenum ”, Materials Science and Engineering , 1995
- [21] Maeda , Masakatsu , Igarashi , Osamu , “ Solid state diffusion bonding of silicon nitride with vanadium foils ”, Materials Metallurgy and weldability, 2003
- [22] I .Gotman , E Gutmanas , Igarashi , Osamu , “ Interaction of Si₃N₄ with chromium powder ”, Journal of materials science letters , 1989
- [23] I . Gotman , E Gutmanas , Igarashi , Osamu , “ Development of processing windows for diffusion bonding of Ti-6Al-4V titanium alloy and 304 stainless steel with silver as intermediate layer ”, Transactions of Nonferrous Metals Society of China , 2015
- [24] I . Gotman , E. Gutmanas , Igarashi , Osamu , “ Diffusion bonding of aluminum oxide to stainless steel using stress relief interlayers ”, Materials Science and Engineering , 2002
- [25] I . Esposito , A. Bellosi and G. Celotti “ Silicon nitride –nickel joints through diffusion bonding ”, Actamaterialia, 1997
- [26] A. Kliauga, M . ferrante , “ Interface compounds formed during the diffusion bonding of Al₂O₃ to Ti ”, Journal of Materials Science ,2000
- [27] D. J. Stephenson, Diffusion bonding 2. Springer Science & Business Media, 2012.
- [28] C. G. A. O'Brien, —Welding Processes, in Welding Handbook, American W., Miami, 1980.

Chapitre II

Soudage par diffusion à l'état solide de la céramique avec quelques métaux

Introduction

Ce chapitre est divisé en deux parties. On présente dans la première partie les propriétés et les caractéristiques du céramique Al_2O_3 et les alliages 6060. Dans la deuxième partie, on présente les travaux de recherche sur le soudage par diffusion à l'état solide de la céramique avec quelques métaux.

II.1. Propriétés et caractéristiques de l'alumine

II.1.1. Définition

L'alumine ou oxyde d'aluminium a comme formule Al_2O_3 , quand elle est sous la forme anhydre. Elle a un polymorphisme structural remarquable avec les variétés α -, γ -, δ -, θ -, κ -, ε -, η -, χ - Al_2O_3 [1]. Il existe l'alumine à l'état naturel dans la bauxite, sous forme hydratée, mélangée à de l'oxyde de fer. Il est obtenu aussi comme minerai sous forme de corindon (α - Al_2O_3).



Figure II-1 : Alumine sous forme poudre [2]

II.1.2. Propriétés de l'alumine

L'alumine est le matériau céramique fin le plus connu et le plus utilisé. Il possède le même corps en cristal fritté que le saphir et le rubis. Il est utilisé depuis des décennies dans les composants électriques pour sa haute isolation électrique, et est largement utilisé dans les pièces mécaniques pour sa haute résistance ainsi que sa résistance à la corrosion et à l'usure.

II.1.2.1 Propriétés structurales de l'alumine

Lévine et Brandon [3] ont réalisé une mise au point sur les séquences de transition de phases et le polymorphisme de l'alumine.

L'alumine a plusieurs formes, l'une stable (α - Al_2O_3), les autres métastables (γ -, δ -, θ -, κ -, ε -, η -, χ - Al_2O_3). Elle se trouve aussi à l'état amorphe. Les phases métastables sont connues comme des alumines de transition. Les phases α , γ , δ , θ et κ sont observables sous forme d'alumine pure, tandis que les autres (ε , η , χ) ne le sont qu'en présence d'addition des alcalins de ZrO_2 , et des silicates.

Ces phases sont obtenues par déshydratation partielle des hydroxydes d'aluminium, γ - $\text{Al}(\text{OH})_3$; α - $\text{Al}(\text{OH})_3$; γ - $\text{AlO}(\text{OH})$, α - $\text{AlO}(\text{OH})$, ou de l'oxyde hydraté $5\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Levin et Brandon [3] ont présenté les différentes transformations et les domaines de température de l'alumine dans lesquels on les observe dans le tableau II-1 résume également les séquences de transition d'une phase métastable à l'autre, vers la phase stable α lorsque l'on augmente la température [3].

Tableau II-1 : Réactions de formation des différentes structures métastable Al_2O_3 à partir des hydroxydes et séquences de transformations de phase vers la phase stable α - Al_2O_3 [3]

Formes métastables à structure hexagonale compacte	
α - AlOOH (diaspore)	$\xrightarrow{700^\circ\text{-}800^\circ\text{C}} \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$
γ - $\text{Al}(\text{OH})_3$ (gibbsite)	$\xrightarrow{150^\circ\text{-}300^\circ\text{C}} \chi \xrightarrow{650^\circ\text{-}750^\circ\text{C}} \kappa \xrightarrow{1000^\circ\text{C}} \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$
$5\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (tohdite)	$\xrightarrow{700^\circ\text{-}800^\circ\text{C}} \kappa' \xrightarrow{750^\circ\text{C}} \kappa \xrightarrow{900^\circ\text{C}} \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$
Vapeur (CVD)	$\longrightarrow \kappa \longrightarrow \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$
Formes métastables à structure cubique compact	
γ - AlOOH (boehmite)	$\xrightarrow{300^\circ\text{-}500^\circ\text{C}} \gamma \xrightarrow{700^\circ\text{-}800^\circ\text{C}} \delta \xrightarrow{900^\circ\text{-}1000^\circ\text{C}} \theta \xrightarrow{1000^\circ\text{-}1100^\circ\text{C}} \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$
α - $\text{Al}(\text{OH})_3$ (bayerite)	$\xrightarrow{200^\circ\text{-}300^\circ\text{C}} \eta \xrightarrow{600^\circ\text{-}800^\circ\text{C}} \theta \xrightarrow{1000^\circ\text{-}1100^\circ\text{C}} \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$
Amorphe (film anodique)	$\longrightarrow \gamma \longrightarrow \delta \longrightarrow \theta \longrightarrow \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$
Alumine fondue	$\longrightarrow \gamma \longrightarrow \delta, \theta \longrightarrow \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

II.1.2.2 Propriétés physiques de l'alumine

La céramique Al_2O_3 a des bonnes caractéristiques physiques. Le Tableau II-2 illustre quelques propriétés.

Tableau II-2 : Quelques propriétés physiques pour l'alumine [4]

Propriété	Valeur
Masse moléculaire. (g/mol)	101,96
Masse volumique. (g/cm ³)	3,9
L'indice de réfraction	1,785
ΔG_f° L'énergie de formation (KJ.mol ⁻¹)	-1582,4

II.1.2.3 Propriétés mécaniques de l'alumine

L'alumine est un composé très dur et il a aussi bonne tenue mécanique à haute température. Al_2O_3 a une résistance élevée à la compression et une excellente résistance à l'usure. Le tableau II.3 rassemble quelques propriétés mécaniques de ce matériau.

Tableau II-3 : Quelques propriétés mécaniques de l'alumine [4]

Propriété	Valeur
Dureté (Mohs)	9
Module de Young (GPa)	300-400
Coefficient. de poisson	0,25
Résistance à la flexion (MPa)	380
Ténacité (MPa.m ^{1/2})	2-3

II.1.2.4 Propriétés électriques de l'alumine

L'oxyde d'aluminium est caractérisé par sa grande résistivité électrique et sa bonne isolation électrique à des températures élevées. Le tableau II.4 donne quelques propriétés électriques de cette céramique.

Tableau II-4 : Quelques propriétés électriques de l'alumine [4]

Propriété	Valeur
Constante diélectrique	9-10
Résistivité électrique à 20°C (Ohm.cm)	$> 10^{14}$
Résistance diélectrique (kV/mm)	10-20

II.1.2.5 Propriétés thermiques

L'alumine devient liquide à une température plus de 2000 °C [4]. Il est très pure peut être utilisée jusqu'à 1700°C. Elle est étanche aux gaz jusqu'à 1300°C [5]. Il a un coefficient thermique grand, une dilatation thermique faible et une bonne tenue aux chocs thermique. Le tableau II.5 présente quelques propriétés thermiques de l'alumine.

Tableau II-5 : Quelques propriétés thermiques de l'alumine [4]

Propriété	Valeur
Point de fusion (°C)	2050
Chaleur spécifique (J/K/kg)	900
Conductivité thermique (W/m/K)	à 20°C : 26-35 à 500°C : 10-15
Dilatation linéaire ($\times 10^{-6}$) de 20 à 1000 °C	8-9

II.1.2.6 Propriétés chimiques :

L'alumine possède une très bonne résistance chimique .A température ambiante, elle n'est pas attaquée par les composés chimiques connus comme les acides concentrés, les acides dilués, les alcalins, les halogènes et les métaux [5]

II.1.3. Domaines d'application de l'alumine

A cause de la variété des propriétés de l'alumine, ce matériau est utilisé dans des plusieurs domaines [2] :

- La synthèse de substrats isolants pour diodes lasers, de pièces pour des équipements de cryogénie ou des installations à rayonnements nucléaires ou même de vannes d'échantillonnage sanguin.
- Comme réfractaire, par exemple pour les revêtements de fours à haute température ou comme creusets.

- La fabrication d'abrasifs et comme matériau d'outillage.
- Comme des implants dentaires (Fig. II-2) et des implants pour prothèse totale de hanche et de genou (Fig. II-3) puisque l'alumine a une excellente biocompatibilité.



Figure II-2 : Implants dentaires en alumine



Figure II-3 : Implants pour prothèse de hanche (gauche) et prothèse de genou (droit).

II.2. Les alliages de la série 6060

II.2.1. Définition

La série 6060 appartient à la famille 6xxx d'alliage d'aluminium où les principaux éléments d'alliage sont le silicium (Si) et le magnésium (Mg). La série 6060 contient une faible quantité en silicium qui par la suite aura des faibles caractéristiques mécaniques. L'ajout de magnésium et de silicium à l'aluminium produit le composé magnésium-siliciure (Mg_2Si). La formation de ce composé confère à la série 6xxx sa capacité de traitement

thermique .Donc elle est classée dans la catégorie des alliages d'aluminium à durcissement structural (alliages trempants).

Le tableau II.6 donne plus de détaille sur la composition chimique .Il illustre le pourcentage maximale et minimale de chaque élément d'alliage existant dans l'alliage AA6060. .

Tableau II-6 : Composition chimique en % massique d'un alliage AA6060

Elément	Mg	Si	Fe	Cr	Zn	Mn	Cu	Ti	Autres	Reste
Min	0,35	0,30	0,10	-	-	-	-	-	-	Al
Max	0,60	0,60	0,30	0,50	0,15	0,10	0,10	0,10	0,05 : l'un 0,15 : total	

II.2.2. Propriétés et caractéristiques de l'alliage 6060

II.2.2.1 Caractéristiques physiques

Quelques propriétés physiques de la série 6060 sont rassemblées dans le tableau II-7

Tableau II-7 : Quelques propriétés physiques de la série 6060

Propriétés	Valeur
Masse volumique (g/cm^3)	2,70
Intervalle de fusion	615-655
Coefficient de dilatation linéique (0 à 100 °C)	23,4
Mod. d'élasticité (MPa)	69500
Coeff. de poisson	0,33
Conductivité thermique (0 à 100°C) ($\text{W/m}^\circ\text{C}$)	200- 220
Résistivité à 20°C ($\mu\Omega\text{cm}$)	3,3
Capacité thermique massique (0 à 100°C) ($\text{J/Kg}^\circ\text{C}$)	945
Limite d'élasticité $R_{p0,2}$ (MPa)	110
Limite à la rupture R_m (MPa)	150

II.2.2.2 Caractéristiques mécaniques

Les caractéristiques mécaniques de la série 6060 sont moyennes. Ces caractéristiques peuvent être élevées par ajout de silicium pour former le précipité durcissant Mg_2Si . Elle peut être tréfilée à de très vitesses élevées (140 m. min^{-1}) [5, 6]. Elle se soude convenablement (soudure à l'arc ou brasage).

Tableau II-8 : Quelques propriétés mécaniques de la série 6060

Propriétés	Valeur
Résistance à la traction (MPa)	160
Dureté brinell (HB)	60
Allongement (%)	14
Soudabilité	Bonne

II.2.2.3 Caractéristiques chimiques

L'alliage d'aluminium 6060 est connue par son excellente résistance à la corrosion notamment atmosphérique car l'aluminium a une grande affinité pour l'oxygène, et très vite une couche d'alumine recouvre sa surface ; cette couche est parfaitement couvrante et protège le métal sous-jacent.

II.2.3. Domaines d'application des alliages 6060

La série 6060 est très utilisés dans plusieurs industries et dans des différentes domaines comme :

- Industrie aérospatiale pour les pièces structurale des avions et les réservoirs des carburants
- Industrie de construction pour les fenêtres, les portes et les murs rideaux.
- Aménagements intérieurs, ossatures, éclairage, rampes et clôtures.
- Appareils électroniques et électriques pour les radiateurs, les dissipateurs de chaleurs et les boîtiers électroniques.
- Systèmes de montage flexibles et les éléments spéciaux de machinerie.
- Plancher de camion et de remorque, l'installation pneumatique et ferroviaire.
- Tuyaux d'irrigation, de chauffage et de refroidissement.
- Mobilier et matériel de bureau.

- Equipement sportif pour la production des vélos et les clubs de golf.

II.3. Soudage par diffusion céramique – métal

II.3.1. Soudage par diffusion Al_2O_3 – Alliage d'aluminium

Urena et al. [6] étudièrent le soudage par diffusion de céramique de type Al_2O_3 avec l'alliage d'aluminium 7075. Ils ont étudié la possibilité de souder ces deux matériaux dissimilaires et ils ont basé sur l'étude de l'interaction chimique entre les éléments d'alliage et la céramique. La figure II-4 montre la microstructure du joint soudé. Par contre la figure II-5 illustre la courbe de variation de la résistance de cisaillement en fonction de temps de soudage et qui augmente progressivement.

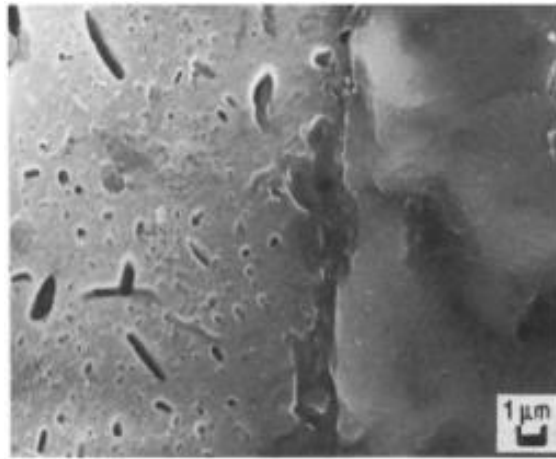


Figure II-4 : Image obtenue par MEB présente la couche intermétallique formée entre l'alumine et Al7075

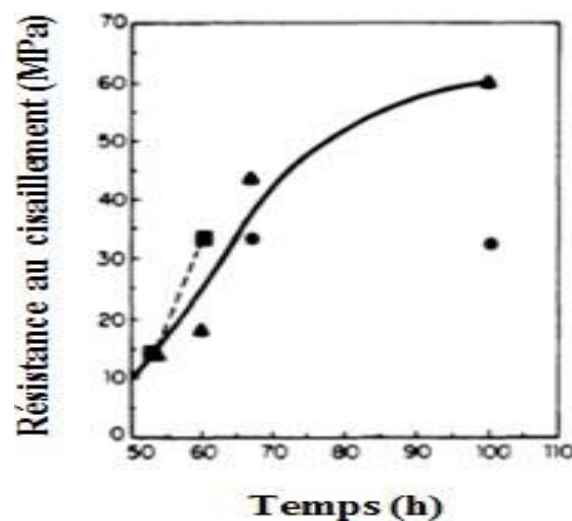


Figure II-5 : Variation de la résistance de cisaillement en fonction de temps de soudage

II.3.2. Soudage par diffusion Al_2O_3 – acier inoxydable

Nicholas et Crispin ont étudié le soudage par diffusion de l'alumine Al_2O_3 avec l'acier inoxydable en utilisant l'aluminium comme métal d'apport. Ce soudage est effectué à une température de 625°C et sous pression de 50MPa pendant 30 min. La figure II-6 présente la microstructure du joint soudé où ils ont constaté la formation d'une couche intermétallique

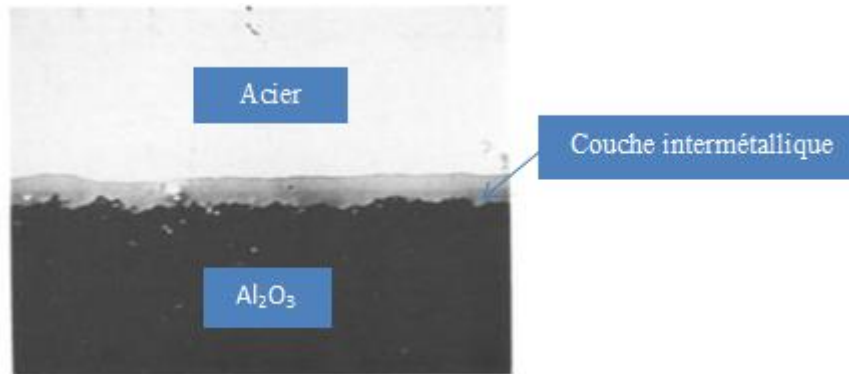


Figure II-6 : Couche intermétallique formé lorsque le soudage par diffusion entre l'acier -l'alumine à 594°C pendant 30min, x 480.

La figure II-7 présente la variation de largeur de la couche intermétallique formé à la fonction de la température de fabrication .Ils ont remarqué que si la température augmente l'épaisseur de la couche intermétallique augmente aussi.

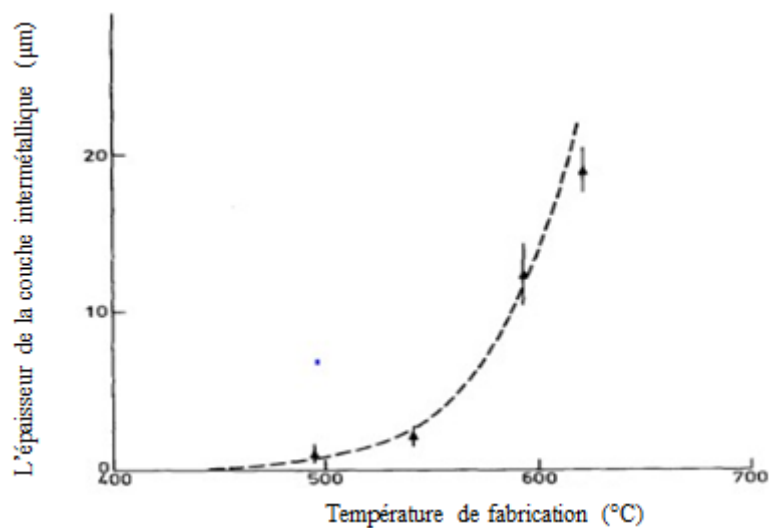


Figure II-7 : Variation de l'épaisseur de la couche intermétallique formée à la fonction de la température

II.3.3. Soudage par diffusion Al_2O_3 – Alliage de titane

Silva et al. [7] ont soudé l'oxyde d'aluminium avec l'alliage Ti6Al4V par diffusion à une température de 900, 950 et 1000°C à une durée qui varie de 10 à 60 min sous une faible pression (Fig. II-8). Les matériaux de base dissemblables ont été assemblés avec et sans couche intermédiaire de Ti. Les vitesses de chauffage et de refroidissement étaient de 5 et 3 °C/ min, respectivement.

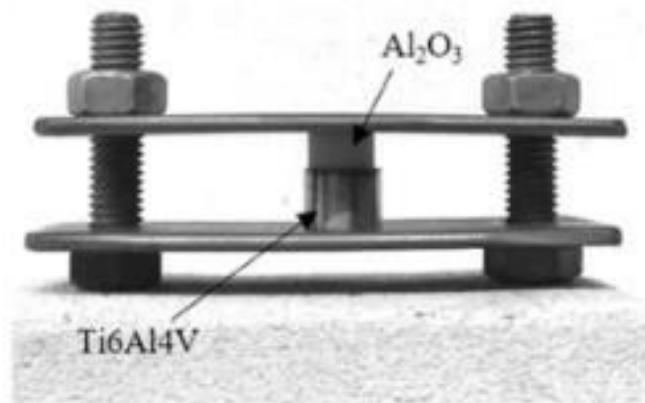
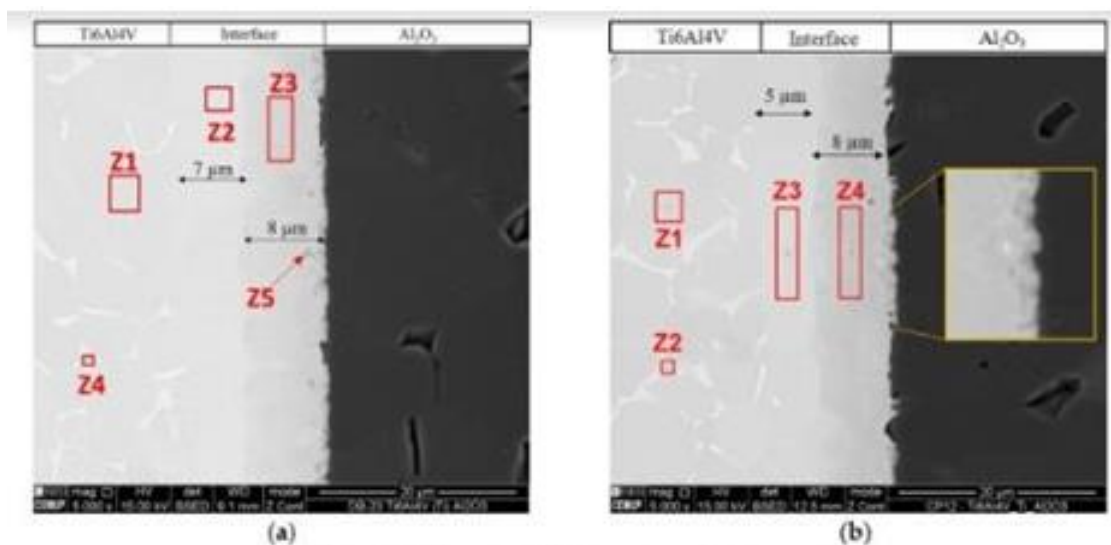


Figure II-8 : Dispositif utilisé pour le soudage par diffusion de l'alumine / Ti6Al4V

Les images obtenues par MEB des joints soudés (Fig. II -9) montrent une dégradation de couleurs et chaque couleur représente une zone. Le tableau II-9 donne la composition chimique obtenue par EDS pour chaque zone.



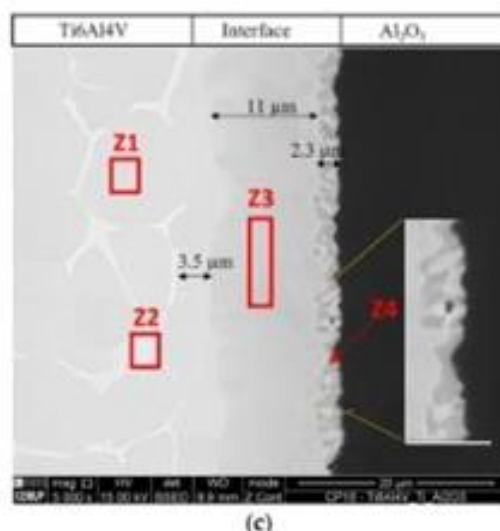


Figure II-9 : Images obtenues par MEB des joints soudés (a) 950 °C pendant 60 min, (b) 1000 °C pendant 10 min, et (c) 1000 °C pendant 60 min.

Tableau II-9 : Composition chimique par EDS des zones dans la Figure II-9.

Conditions	Zone	Eléments (% at)			Phases Possibles
		Ti	Al	V	
950 °C/60 min	1	88.5	10.3	12	α -Ti
	2	88.3	10.3	15	α -Ti
	3	76.5	22.5	1.0	α_2 -Ti ₃ Al
	4	80.3	6.7	13.0	β -Ti
	5	65.1	33.7	12	α_2 -Ti ₃ Al+ γ -TiAl
1000 °C/10 min	1	86.8	11.6	1.6	α -Ti
	2	73.3	19.7	7.0	β -Ti
	3	86.0	11.9	2.1	α -Ti
	4	75.0	25	6	α_2 -Ti ₃ Al
1000 °C/60 min	1	88.3	11.7	-	α -Ti
	2	77.1	6.9	16.0	β -Ti
	3	74.5	25.5	-	α_2 -Ti ₃ Al
	4	57.6	42.4	-	α_2 -Ti ₃ Al+ γ -TiAl

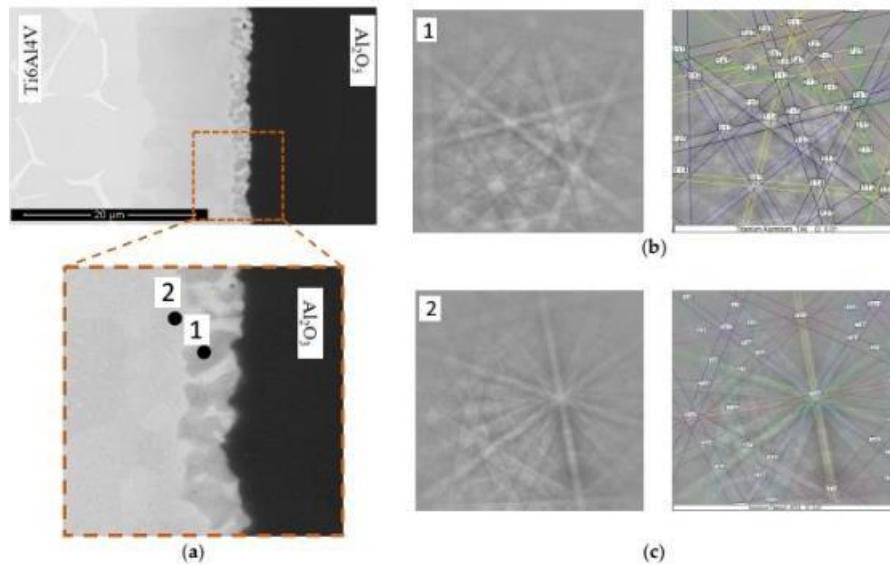


Figure II-10 : (a) Images SEM de l'interface produite avec un film mince de Ti traité à 1000 °C pendant 60 min, (b) EBSD Kikuchi du grain marqué comme 1 dans (a) indexé comme γ -TiAl, et (c) EBSD Kikuchi patterns du grain marqué comme 2 dans (a) indexé comme α_2 -Ti₃Al

II.3.4. Soudage par diffusion Si₃N₄-TiN – molybdène

Les alliages de molybdène contiennent de bonnes propriétés mécaniques à haute température et, malgré leur prix élevé, restent plus économiques que les céramiques Thermomécaniques. Le seul inconvénient est leur résistance à l'oxydation très faible, ce qui rend difficile leur utilisation à chaud et en atmosphère non contrôlée. Pour résoudre ce problème, il a été envisagé la création de composants composites, à base d'un noyau massif d'alliage de molybdène, recouvert d'une « coque » en céramique Si₃N₄-TiN [7]

Schuster et Heikinheimo ont déjà mis en évidence la réactivité du nitrure de silicium avec le molybdène [8, 9], cependant la liaison entre ces deux matériaux n'a jamais été réalisée. Un soudage par diffusion a donc été réalisé entre la céramique Si₃N₄-TiN et un alliage de molybdène. Les données thermodynamiques prédisent la décomposition du nitrure de silicium par le molybdène et la formation des siliciures MoSi₂, Mo₅Si₃, Mo₃Si [8], cependant aucune liaison n'a pu être trouvée lors de soudage direct céramique/molybdène, probablement en raison d'une faible cinétique de réaction aux températures d'assemblage (1200° C).

L'utilisation de matériaux de remplissage a donc dû être envisagée. Les inserts en alliage Fe-Cr-Al ont déjà montré leur utilité avec les céramiques. Des assemblages réalisés à 1200°C

ont permis le soudage des deux matériaux. L'interface insert-molybdène est formée par une couche de réaction continue (CR) composée d'un intermétallique Mo-Fe-Cr (Fig II-11). L'insert Fe-Cr-Al est enrichi lors de l'assemblage en molybdène, pour donner une structure biphasée formée d'une solution solide et d'intermétalliques Mo-Fe-Cr. Ces intermétalliques sont fragiles et sont généralement fissurés, probablement sous l'effet de contraintes résiduelles causées par les propriétés physiques différentes des deux matériaux, mais les fissures, est normale à l'interface, ne se propagent pas dans les matériaux de base, ce qui nous permet envisager des comportements mécaniques acceptables (Fig II- 11.b). A l'inverse, la stabilité de cette liaison est faible, et on peut avoir la diffusion du molybdène dans l'insert à haute température, jusqu'à sa transformation complète en intermétallique.

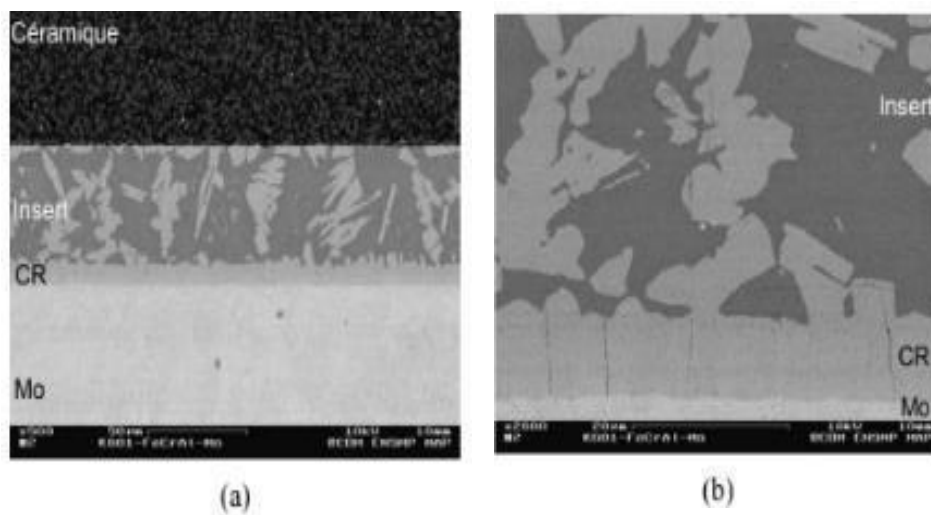


Figure II-11 : Assemblage $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-TiN}$ / molybdène avec insert Fe-Cr-Al (a), et interface insert/molybdène (b) [8]

II.3.5. Soudage par diffusion TiC – Acier inoxydable

Jia et al [10] ont soudé par diffusion à l'état solide le carbure de tungstène (TiC) avec l'acier inoxydable 304L en utilisant des couches de Ti/Nb comme un métal d'apport (Fig. II-12) . La structure de l'interface était composée de la phase ($\beta\text{-Ti, Nb}$) et de la solide $\alpha+\beta\text{-Ti}$. La couche de Nb peut empêcher efficacement la diffusion de Ti et Fe des deux côtés et réduire la formation de composés intermétalliques. La résistance au cisaillement du joint était de 110 MPa.

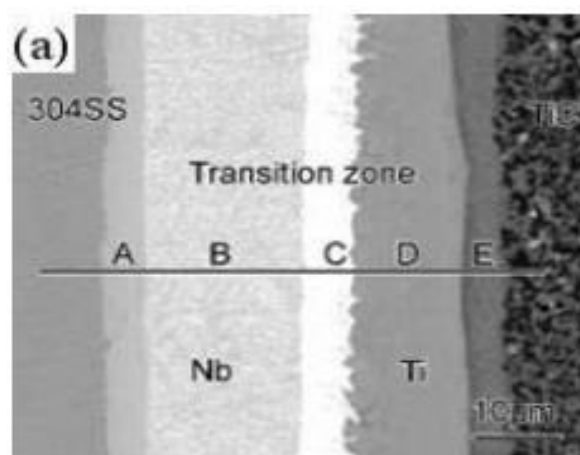


Figure II-12 : Microstructure de joint soudé TiC/Ti/Nb/acier inoxydable 304

Zhihong Zhong et al [11] ont utilisé le tungstène/Nickel comme métal d'apport pour souder le carbure de silicium (SiC) avec l'acier inoxydable (Fig. II-13). Ils ont observé la formation des phases W_5Si_3 et WC à l'interface de SiC /W et aucun intermétallique est formé dans l'interface de côté de l'acier inoxydable .La rupture du joints se produit souvent à l'interface du SiC et du W, et la résistance à la traction est de 55MPa.

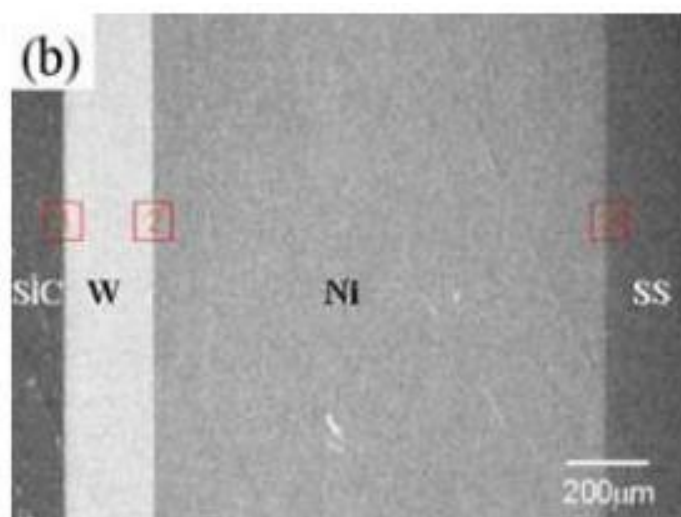


Figure II-13 : Microstructure de joint soudé SiC/W/Ni/acier inoxydable

II.3.6. Soudage par diffusion YSZ– Composite à base de Fer

Avettand -Fèmoel et al [12] ont étudié le soudage par diffusion l'état solide de la céramique à base de zirconne (YSZ) avec un composite à base de Fer (Fig. II-14) . Ils ont remarqué la formation des couches discontinuées YSZ-YSZ , YSZ-FeO, YSZ-Fe dans l'interface de coté de céramique .

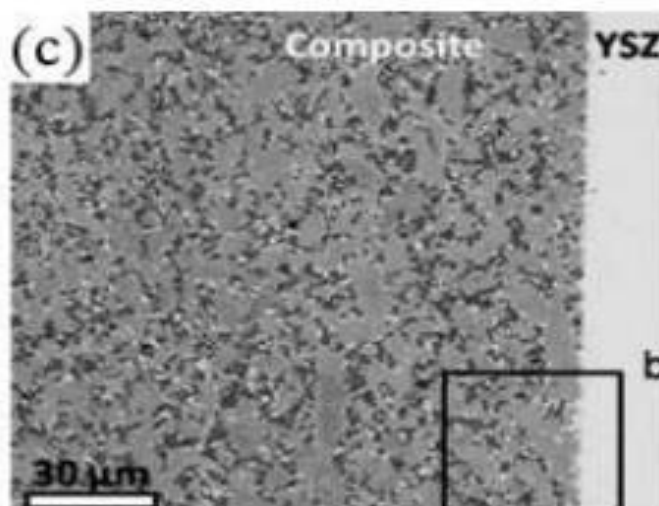


Figure II-14 : Microstructure de joint soudé de composite à base de fer/YSZ.

Références

- [1] M. ŞOVAR, “ Du tri-isopropoxyde aux oxydes d'aluminium par dépôt chimique en phase vapeur: procédé, composition et propriétés des revêtements obtenus ” ,thèse de doctorat , Université de polytechnique de Bucarest ,2006
- [2] <https://Futura-sciences.com>
- [3] I. Levin, D. Brandon, “ Metastable alumina polymorphs: crystal structures and transition sequences ”, J. Am. Ceram. Soc., vol.81 (8), p. 1995-2012, 1998
- [4] <https://www.goodfellow.com/csp/active/static/F/Alumine.HTML>
- [5] <https://www.ceramic-center.com/alumine.php>,
- [6] M.Nicholas, M. Crispin , “ Diffusion bonding stainless steel to alumina using aluminium interlayers ” , Journal of materials science ,1982
- [7] F D. Beaume, “ Matériaux et assemblages hétérogènes : de l'élaboration à la caractérisation mécanique ”, Matériaux. Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc, 2009.
- [8] J C .Schuster, “ Silicon nitride-metal joints: phase equilibria in the systems $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Cr,Mo, W and Re}$ ” , J.Mat. Sc., 23 (1988b), p. 2792-2796.
- [9] E. Heikinheimo, A. Kodentsov, J A. Vanbeek, J T. Klomp, F Van Loo, “ Reactions in the systems Mo- Si_3N_4 and Ni- Si_3N_4 ” , Acta Metallurgica. Mater., 40 (1992), p. S111-119.
- [10] J. Li, G .Sheng, L. Huang. “ Impulse Pressuring Diffusion Bonding of TiC Cermet to Stainless Steel Using Ti/Nb Interlayer ”, Journal of Materials Engineering, 2017, 45(3): 54-59. (in Chinese)
- [11] Z. Zhong , T. Hinoki, H Jung, et al. “ Microstructure and mechanical properties of diffusion bonded SiC/steel joint using W/Ni interlayer”, Materials & Design,2010,31(3): 1070-1076.
- [12] M .Avettand-Fènoël, K. Naji, Ph Pouligny. “ Brazing vs. diffusion welding of graded Fe based matrix composite and yttria stabilized zirconia ” , Journal of Manufacturing Processes, 2019, 45: 557-570.

Chapitre III

Matériaux et Méthodes Expérimentales

Introduction

Dans ce chapitre il sera présenté d'abord les différents matériaux que nous avons investis et ses compositions chimiques, ensuite les méthodes de préparation des échantillons pour les différentes techniques d'analyse, et enfin nous présentons le principe et les paramètres de soudage utilisé au cours de notre travail.

On a aussi présenté les techniques d'analyse utilisées pour l'étude de ses échantillons soudés tels que la microscopie et macroscopie optique, la micro dureté, la diffraction des rayons X, la microscopie électronique à balayage (MEB), les tests électrochimiques et le test de flexion.

III.1. Matériaux étudiés

Dans notre étude, l'alliage d'aluminium et l'oxyde d'aluminium ont été utilisés comme des matériaux de base pour les souder par diffusion à l'état solide. Les compositions chimiques de ces matériaux dissimilaires sont indiquées dans les tableaux III-1 et III-2.

Tableau III-1 : Composition chimique de l'alliage d'aluminium 6060 (déterminée par XRF).

Elément	Al	Si	Mg	Fe	P	Zn	Cu
En wt %	98.6	0.57	0.53	0.23	0.04	0.02	0.01

Tableau III-2 : Composition chimique de l'alumine (déterminée par XRF).

Elément	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	CaO	MgO	SiO ₂
En wt %	98.95	0.14	0/15	0.24	0.52

III.2. Procédé de soudage par diffusion

Dans notre procédé de soudage par diffusion on a pris deux matériaux dissemblables l'un est l'alliage d'aluminium et l'autre l'alumine .Ils ont été placées entre deux presses. Ensuite, ils ont pressées l'une à l'autre, ce qui permet aux atomes de commencer à se diffuser entre les matériaux au niveau de la zone de contact [1], comme il est illustré dans la figure

III-1. La pression est utilisée pour rapprocher le plus possible les surfaces de contact des matériaux afin que les atomes puissent diffuser plus facilement et la température fournie au système pour augmenter la mobilité des atomes des deux matériaux. Lorsque la proportion souhaitée d'atomes est diffusée, la chaleur et la pression sont supprimées et le processus de soudage est terminé.

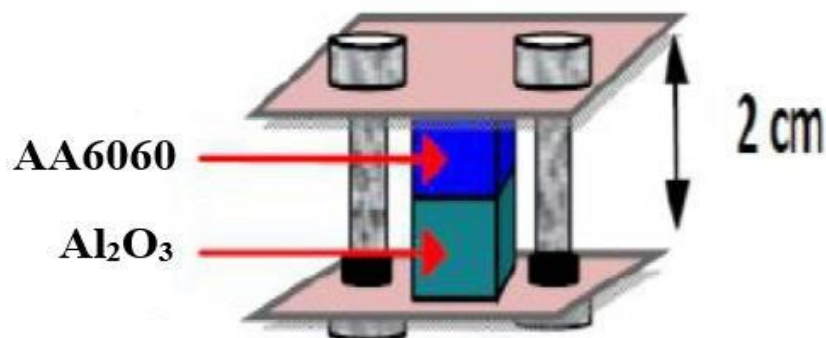


Figure III-1 : Configuration schématique du soudage par diffusion [2]

Avant le procédé de soudage par diffusion, les échantillons subissaient un polissage mécanique en utilisant des papiers abrasifs. Après ils sont lavés à l'eau et séché à l'air comprimée. Ensuite, les échantillons sont nettoyés par ultrason pour les introduire dans le dispositif destiné au soudage par diffusion à l'état solide (Fig.II-2).



Figure III-2 : Appareil des ultrasons [1]

Notre soudage par diffusion a été réalisé dans un four de frittage. Les échantillons ont été chauffés à 600°C sous une pression de 15MPa pendant des différents temps de maintien (2 min, 3 min, 4 min, et 5 min). Le soudage a été effectué dans une atmosphère d'argon pour éviter l'oxydation des échantillons. Les conditions de notre soudage sont regroupées dans le

tableau III-3. Après chaque temps de maintien, l'échantillon a été refroidi à l'air jusqu'à la température ambiante. La figure III-3 présente le dispositif expérimental de soudage.

Tableau III-3 : Conditions de soudage par diffusion de l'alumine avec l'alliage d'aluminium 6060

Type de soudage	Soudage par diffusion
Température	600°C
Temps de maintien	2, 3, 4 et 5 min
Pression	15 MPa
Atmosphère	Argon



Figure III-3 : Dispositif de soudage par diffusion à l'état solide [1]

La figure III-4 montre les quatre échantillons obtenus après soudage à différents temps de soudage à l'état solide. Ces échantillons ont été enrobés dans une résine pour faciliter leur polissage mécanique.



Figure III-4 : Echantillons d'alliage d'aluminium 6060 et de l'alumine

III.3. Préparation métallographique

Pour les observations métallographiques et le reste des techniques de caractérisation, les échantillons soudés ont été coupés perpendiculairement (transversalement) à la surface de l'interface de soudage puis enrobés à froid pour passer à l'étape de polissage mécanique en utilisant les différents papiers abrasifs de 600 jusqu'au grade 4000 suivi d'un polissage de finition à la suspension de polissage aux oxydes (OP-S) de 0,25 μm dont le but d'éliminer absolument toutes les rayures et l'obtention d'un aspect miroir des surfaces . Pour révéler la structure, l'alliage d'aluminium a été attaqué chimiquement par une solution diluée de l'acide fluorhydrique (10% HF) pendant 1 min.

III.4. Techniques de caractérisation

III.4.1. Microscopie optique

Le microscopie optique est une technique utilisée pour observer de près un échantillon grâce au grossissement d'une lentille avec de la lumière visible. Il s'agit de la forme traditionnelle de microscopie, inventée avant le XVIIIe siècle. Cette technique d'observation est la plus utilisée. Elle est toujours en progression continue pour améliorer la résolution le contraste, et la profondeur de champ. Donc, l'éclairage en lumière polarisée permet d'exploiter les propriétés optiques de la surface ou de l'épaisseur du matériau

analysé pour observer des variations de structure, de relief ou de composition.

Elle permet de détecter certains constituants existants dans les matériaux de taille micrométrique comme les inclusions, les phases, la taille et la forme des grains dans les polycristaux. Les dislocations et les défauts ponctuels ne peuvent pas être détectés par le microscope optique.

Dans notre cas, les observations de la microstructure des matériaux soudés aident à la compréhension des effets de soudage par diffusion aux échantillons soudés. Donc pour suivre l'évolution microstructurale et déterminer la taille de grains et la répartition des précipités des matériaux étudiés, nous avons utilisé un microscope optique de marque NIKON ECLIPSE LV100ND (Fig III-5).



Figure III-5 : Microscope optique (NIKON ECLIPSE LV100ND)

III.4.2. Macroscopie optique

A l'échelle macroscopique, les particules et les phénomènes sont au visible à l'œil nu. La métallographie est l'étude de la microstructure physique des métaux et alliages, souvent par microscopie. L'analyse métallographique est essentielle pour comprendre les propriétés mécaniques des matériaux, notamment leur taille de grain, leur structure cristalline et la présence de défauts tels que des fissures ou des inclusions non métalliques. La métallographie joue un rôle crucial dans de nombreux domaines, notamment l'ingénierie aérospatiale, l'ingénierie automobile et la fabrication industrielle.

Le processus implique la préparation mécanique d'échantillons pour analyse à l'aide de diverses méthodes, telles que le meulage, le polissage et la gravure. Cette préparation consiste généralement à couper un spécimen en tranches et à polir ces sections pour les examiner au microscope. Cela crée une image fortement agrandie afin que la microstructure puisse être étudiée en détail, permettant ainsi à l'analyse d'interpréter les résultats.

La métallographie est un outil important pour comprendre les métaux et leurs propriétés. Il aide les ingénieurs à concevoir de meilleurs produits en fournissant un aperçu du comportement des différents métaux dans différentes conditions. Il aide également les fabricants à garantir que leurs produits répondent aux normes de qualité en identifiant tout défaut ou incohérence avant que les matériaux ne soient utilisés dans la production. Pour notre étude on a utilisé un microscope pour les macro-observations (Fig.III.6).



Figure III-6 : Macroscope optique Nikon NMZ800N

III.4.3. Microscopie électronique à balayage MEB

Un microscope électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy en anglais) est un type de microscope électronique basé sur l'interaction électrons –matière, qui permet d'obtenir des images en haute résolution de la surface d'un matériau (Fig. III-7).

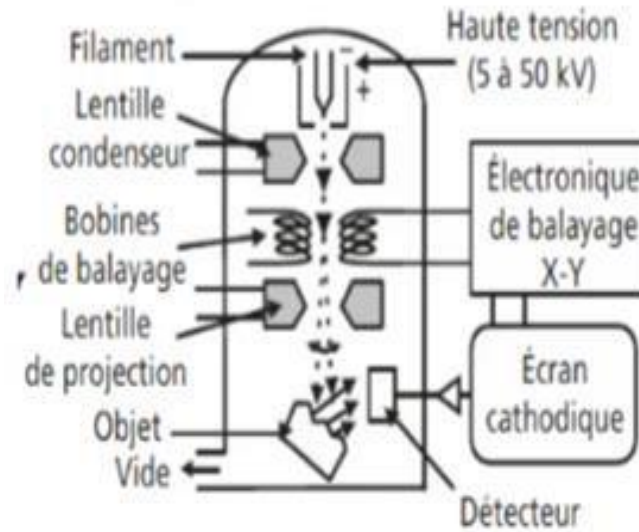


Figure III-7 : Schéma de principe d'un Microscope Électronique à Balayage (MEB).

Les microscopes électroniques sont des instruments polyvalents qui peuvent fournir un large éventail d'informations en fonction des besoins de l'utilisateur. Comme leur nom l'indique, les microscopes électroniques utilisent un faisceau d'électrons pour l'imagerie. Différents signaux résultent de l'interaction entre la matière et les électrons, chacun d'eux contenant des informations utiles sur l'échantillon (Fig III.8),

Dans le cas d'un microscope électronique à balayage (MEB), deux types d'électrons sont généralement détectés : les électrons rétrodiffusés (ERD) et les électrons secondaires (ES).

Les ERD sont réfléchis après les interactions élastiques entre le faisceau et l'échantillon. En revanche, les ES proviennent des atomes de l'échantillon ; ils résultent d'interactions inélastiques entre le faisceau d'électrons et l'échantillon.

Comparaison des signaux SEM

Les ERD proviennent de régions plus profondes de l'échantillon, tandis que les ES proviennent de régions superficielles. Ainsi, les deux véhiculent des types d'informations différents. Les images ERD montrent une grande sensibilité aux différences de numéro atomique ; plus le numéro atomique est élevé, plus le matériau apparaît brillant dans l'image. L'imagerie ES peut fournir des informations de surface plus détaillées.

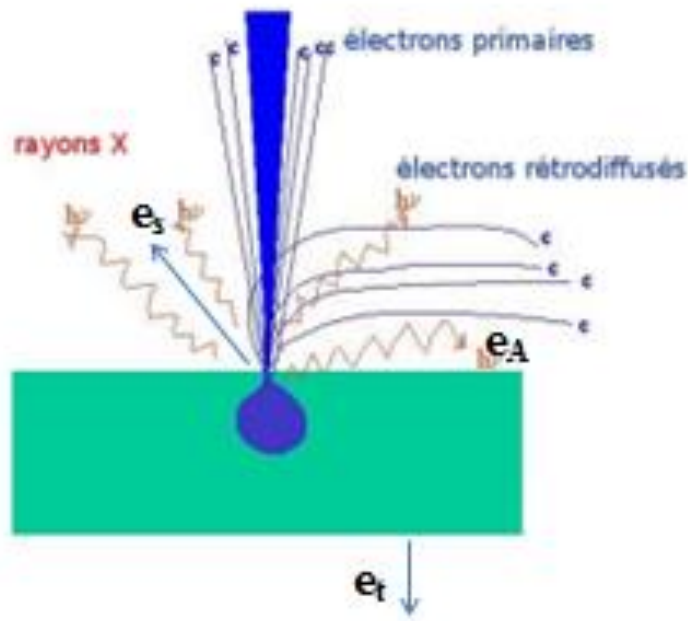


Figure III-8 : Interactions entre un faisceau d'électrons incidents (e_i) et la surface d'un échantillon

e_r : électrons rétrodiffusés;

e_s : électrons secondaires;

e_A : électrons Auger;

e_t : électrons transmis;

RX: émission de rayons X par fluorescence.

Dans notre travail, la préparation des échantillons soudés est contraignante pour passer à la microscopie électronique au balayage. Les échantillons nécessitent une déshydratation puis subir un traitement pour se transformer en matériau conducteur. L'échantillon est ensuite placé sur le porte-objet. On a utilisé un MEB de type Prima E (Fig.III-9) équipé d'une spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS) pour déterminer la composition chimique à travers l'interface du joint soudé.



Figure III-9 : Microscope électronique à balayage de type Prisma E.

La figure III-10 montre l'échantillon préparé pour l'observation au MEB.

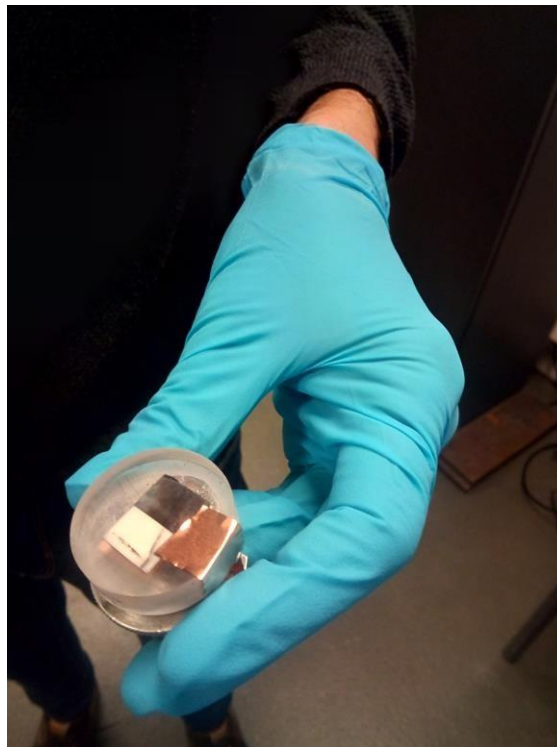


Figure III-10. Préparation de l'échantillon pour l'observation au MEB.

III.4.4. Diffraction des rayons X

III.4.4.1 Définition

La diffraction par des rayons X est une technique non destructive appliquée pour les analyses qualitative et quantitative des matériaux polycristallins. Cette technique d'analyse est basée sur les interactions des radiations X avec l'échantillon (la structure cristalline). Elle permet de déterminer et d'identifier les différentes formes cristallines présentes dans un solide [3].

III.4.4.2 Principe

Lorsque les rayons X arrivent sur les plans réticulaires des réseaux cristallins. Ces plans sont séparés par des distances appelées (distances réticulaires) [4]

Le faisceau de rayons X est diffracté par ces plans pour donner des pics de diffraction (Fig. III-11), et qui peuvent être déterminées en appliquant la loi de Bragg [4] :

$$2d \sin \theta = n \lambda \quad (\text{III.1})$$

Avec :

d : la distance interréticulaire

θ ($^\circ$) : l'angle d'incidence des rayons X

n : un entier

λ (\AA) : est la longueur d'onde des rayons X

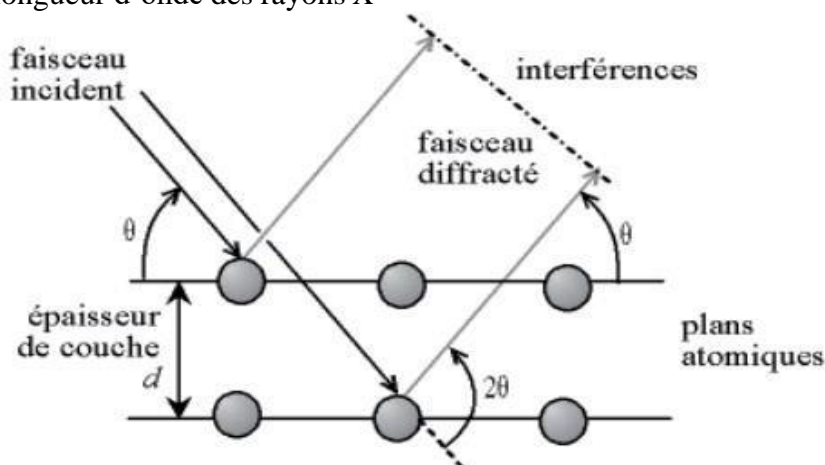


Figure III-11 : Schéma explicatif du principe de la loi de Bragg

La loi de Bragg permet donc de relier chaque pic avec un plan atomique imaginaire, et pour présenter un plan, les index Miller sont souvent utilisés. Ainsi, on peut les indices (hkl) aux pics de diffraction qui est appelée l'indexation des pics [4].

Dans notre travail, nous avons utilisé un diffractomètre marque BRUCKER modèle D8 DISCOVER avec une anode de cobalt ($\lambda = 1.79 \text{ \AA}$) une tension de 40 kV et un courant de 20 mA (Fig.III-12).

Le balayage a été effectué de l'angle $2\theta = 10^\circ$ au $2\theta = 90^\circ$



Figure III-12 : Diffractomètre de rayons X de marque BRUCKER modèle D8 DISCOVER

III.4.5. Microdureté Vickers

La microdureté Vickers est caractérisée par l'empreinte faite par un pénétrateur sous forme d'une pyramide en diamant à base carrée dont les faces opposées font un angle de 136° . L'empreinte se fait sous une charge et pendant 15s (Fig .III-13). La charge appliquée varie de 1 à 120 kgf. La longueur du côté de l'empreinte est de 0,5 mm, la mesure est faite à l'aide d'un microscope [5]. La dureté Vickers (HV) est calculée en utilisant la formule suivante :

$$Hv = \frac{1.854F}{d^2} \quad (\text{III.2})$$

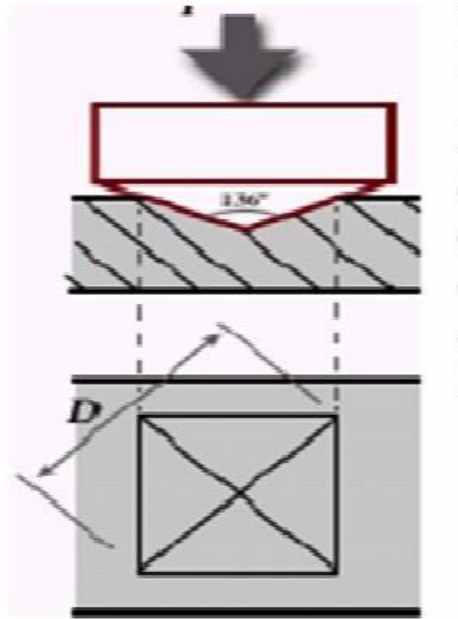


Figure III-13 : Essai de microdureté [5]

Dans notre cas nous avons utilisé un microduromètre de marque Mitutoyo HM 100 (Fig.III-14) on a appliqué une charge de 50gf pendant 15 secondes sur les joints soudés qu'ont été déjà polies et attaquées chimiquement.



Figure III-14 : Microduromètre de marque Mitutoyo HM 100.

III.4.6. Tests de corrosion

Les tests électrochimiques ont un rôle très important pour comprendre le comportement électrochimique et le phénomène de corrosion des métaux.

Avant de passer aux tests de corrosion l'électrode de travail (l'alliage d'aluminium soudé avec l'alumine) doit être soudée à un fil électrique puis enrobé avec une résine thermodurcissable (Fig. III-15).

Afin d'obtenir des résultats fiables, l'électrode de travail doit subir avant chaque essai à un polissage mécanique de la surface en utilisant de papier abrasif de granulométrie très fine (SiC#800#1000#1200) avec application d'eau et ensuite l'électrode est immergée dans l'acétone.



Figure III-15 : Electrodes de travail

Dans notre travail, le comportement électrochimique de l'alliage d'aluminium soudé avec l'alumine a été réalisé dans une solution concentrée de chlorure de sodium (NaCl) 3,5 % dans le but d'effectuer les différents tests électrochimiques. La figure III.16 montre l'appareillage utilisé pour effectuer les tests électrochimiques et les accessoires d'acquisition des données.

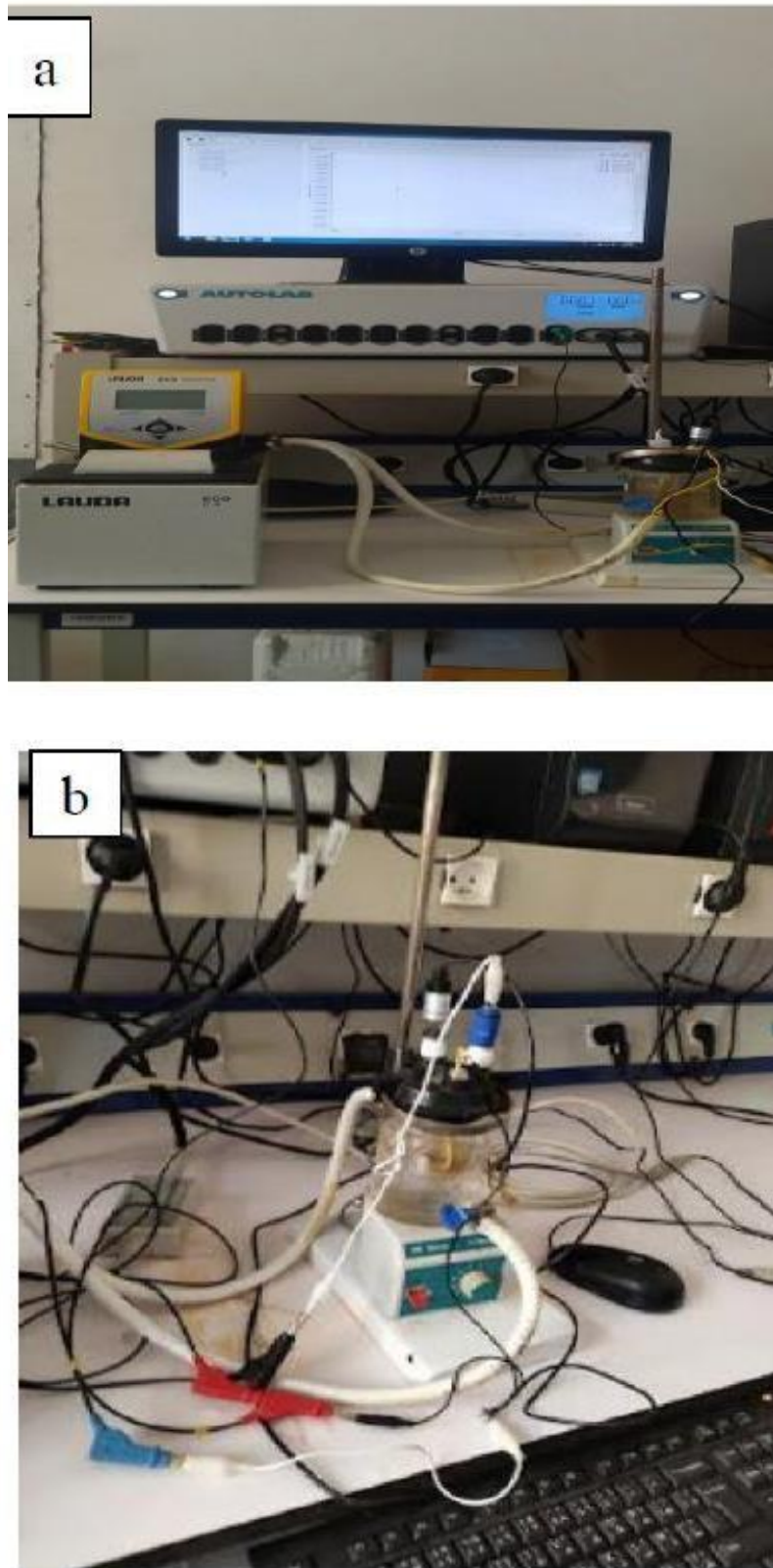


Figure III-16 : AUTOLAB Potentiostat galvanostat, b) : Disposition des électrodes.

III.4.6.1 Evolution du potentiel libre en fonction du temps

Le circuit ouvert, au repos ou potentiel libre est la grandeur électrochimique la plus directement mesurable. Cela n'entraîne absolument aucune perturbation de l'état du système. Elle est mesurée par rapport à un potentiel de référence, pour notre étude celui de l'électrode saturée au calomel E_{cs} . Le suivi du potentiel libre en fonction du temps renseigne sur les transformations préliminaires, sur la nature des mécanismes en cours à l'interface métal/électrolyte. D'une part il renseigne sur le comportement d'un matériau en milieu corrosif et d'autre part d'autre part, il donne la possibilité de déterminer le temps nécessaire du régime permanent, nécessaire pour tracer les courbes potentiodynamiques et pour les mesures d'impédance [6]. La répartition des charges électriques à la surface d'un métal immergé dans un électrolyte crée un potentiel différence DDP entre la solution et la surface du métal. Le potentiel d'une électrode se mesure par rapport à une électrode de référence. On peut déduire sa grandeur (valeur) en suivant la variation du potentiel de l'électrode en fonction du temps $E = f(t)$ [6].

III.4.6.2 Mesures de Tafel

Cette méthode est l'une des méthodes la plus utilisée pour calculer les potentiels de corrosion, les densités de courants et la vitesse de corrosion où et sont déterminés par extrapolation des droites de Tafel cathodique (pente β_c) et anodique (pente β_a) dans du milieu [7], avec un balayage de potentiel -300 mV et +240 mV par rapport au potentiel de circuit ouvert et une vitesse de 1 mV/s.

Après l'obtention de la courbe expérimentale, l'affinement des courbes de polarisation est réalisé automatiquement via la fonction Tafel Fit du logiciel NOVA 2.0. Ce dernier calcule automatiquement les paramètres électrochimiques.

III.4.6.3 Spectroscopie d'impédance électrochimique

La spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) est basée sur la perturbation du système électrochimique au tour de son point de fonctionnement (E_{corr} , I_{corr}). L'amplitude de la perturbation sinusoïdale appliquée au potentiel d'abondant est (10 mV). Les fréquences balayées durant le test varient de 0.1Hz à 100KHz [8]. Les paramètres expérimentaux pour les essais électrochimiques sont rassemblés dans le tableau III.4.

Tableau III-4 : Paramètres expérimentaux utilisés pour chaque technique

Méthode utilisé	Paramètres fixés	Valeur
Mesure du potentiel en circuit ouvert OCP	Temps d'immersion	3600 (s)
Spectroscopie d'impédance électrochimique	Gamme de fréquence	0.1Hz -100KHz
	Amplitude du signal	10 mv
	Potentiel de travail	E_{corr}
Tafel	Potentiel initial	300 V/Ocp
	Potentiel final	+300 V/OCP
	Vitesse de balayage	1 mv /s

III.4.7. Test de flexion

Un test de flexion simple (Fig. III-17) a été réalisé sur un échantillon soude (4 minutes) pour voir juste lequel du matériau qui se rompe par rapport à l'autre.

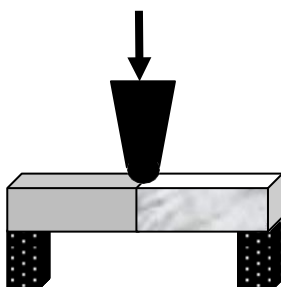


Figure III-17 : Test de flexion simple.

Références

- [1] W. Melik , “ Solid state diffusion welding of SiC reinforced aluminum alloy Al6061 ” ,Thèse de Doctorat , Université Mohamed khider Biskra , 2022
- [2] L. Baghdadi , “ Soudage à l'état solide de deux aciers non semblables ” , Thèse de Doctorat, Université Mohamed khider Biskra , 2023
- [3] M. Chettah , “ Etude des propriétés mécaniques et magnétiques des alliages $Fe_{70} Al_{30-x} Si_x$ élaboré par arc melting ” , Mémoire de Master , Ecole nationale des mines et métallurgie , 2019
- [4] H. Bentrach “ Corrosion des ouvrages pétroliers : Utilisation de la gomme arabique comme Inhibiteur environnemental pour l'acier API 5L X42 ”, Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider Biskra, 2015, pp 6.
- [5] S. Yahi , “ Contribution à l'étude microstructurale des Alliages d'aluminium AlMgSi ”,Mémoire de Master , Université larbi Ben m'hidi -Oum el bouaghi , 2012
- [6] E Guettaf Temam, “ Elaboration et Caractérisation des Revêtements de Nickel Et ses Composite Ni/Mo Elaboré par voie Electrolytiques en Présence d'un Inhibiteur de Corrosion ”, Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider Biskra, (2015).
- [7] F. Bentiss, “ Hétérocycles Penta atomiques: Synthèses Organiques, Etudes des propriétés Inhibitrice de la Corrosion et des Propriétés Complexantes ”, Université Sciences et Technologies de Lille, 2006.
- [8] H. Takenouti, “ Evaluation de la protection contre la corrosion assurée par des revêtements organiques ”, Lausanne: Presse polytechniques et universitaires romandes, 2004,pp.123-145.

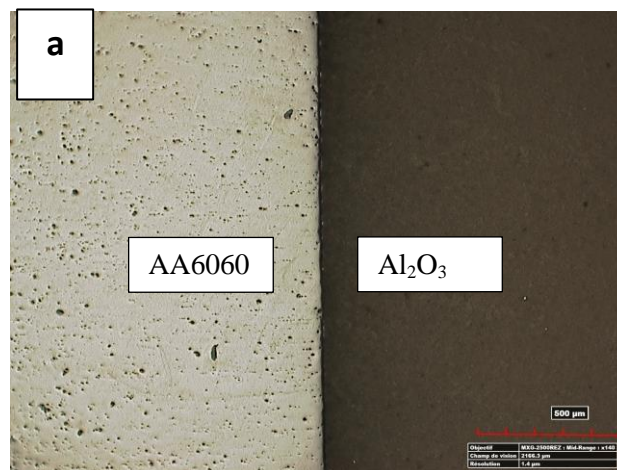
Chapitre IV
Résultats et interprétation

Introduction

Ce chapitre est relevé aux différents résultats obtenus sur les différents échantillons soudés par diffusion de l'alliage d'aluminium (AA6060) avec l'alumine (Al_2O_3), ainsi que leurs discussions. Les résultats de chaque technique de caractérisation seront présentés d'une manière systématique dans cette partie.

IV.1. Observations microstructurales

La figure IV.1 montre l'évolution du joint soudé des deux matériaux dissimilaires (alumine/aluminium) mais sans application du réactif d'attaque. On constate que malgré l'absence du réactif d'attaque le joint d'interface Aluminium/Alumine est visible et son épaisseur change progressivement avec le temps de soudage à 600 °C. Cette distinction est due à la différence des propriétés physico-chimiques des deux matériaux dissimilaires. La figure IV-2 présente l'agrandissement d'une zone choisie de l'interface du joint soudé à 600 °C pendant 5 minutes. Cette figure montre la déformation de l'interface sous forme de Zig-zag ce qui confirme la réactivité entre les deux matériaux dissimilaires a ce temps de soudage.



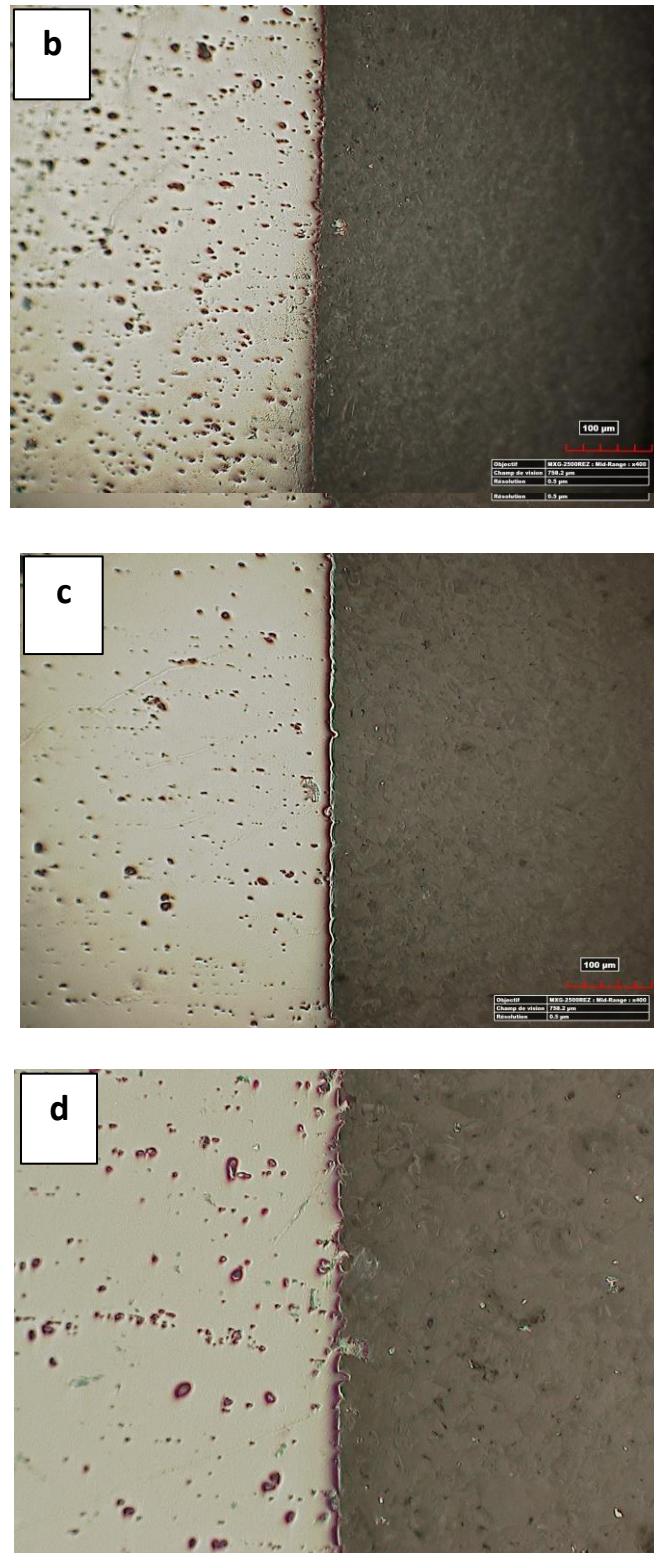


Figure IV-1 : Microstructures de l'alumine soudée à l'alliage d'aluminium 6060 à 600 °C pour différents temps de soudage (a) : 2 min, (b) : 3 min, (c) : 4 min, et (d) : 5 min. (sans attaque chimique).

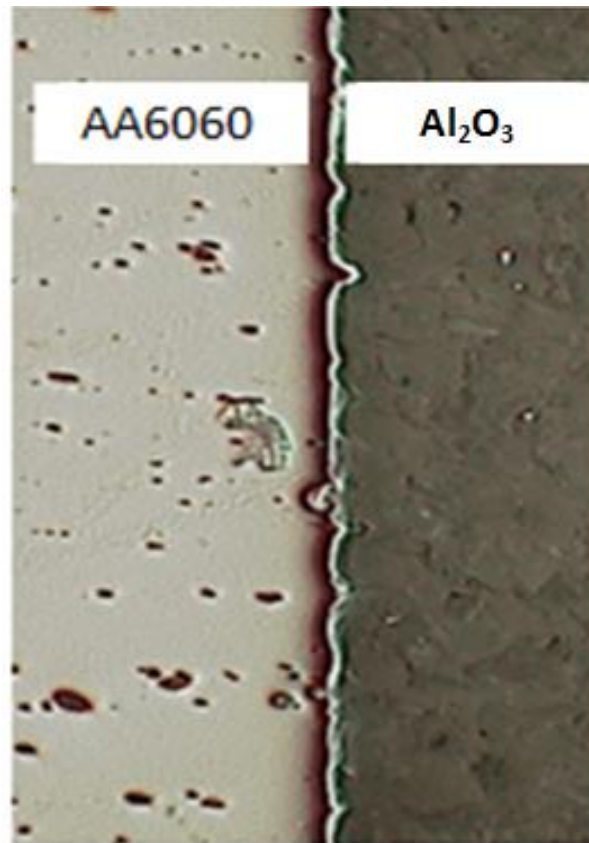


Figure IV-2 : Agrandissement d'une zone choisie de l'interface du joint soudé à 600°C pendant 5 minutes.

Cette morphologie du joint d'interface Aluminium/Alumine sous forme de Zig-Zag a été aussi observée par Martinez et al [1] comme il est illustré dans la figure IV-3. D'après ces auteurs, cette forme est due aux deux paramètres et qui sont la température et la pression appliquée lors du soudage par diffusion à l'état solide.

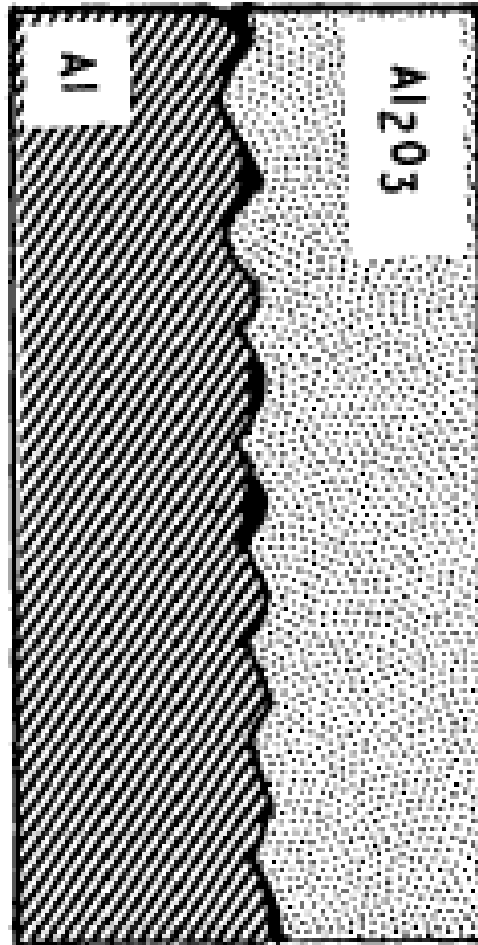


Figure IV-3. Illustration du joint soudé Aluminium/Alumine.[1].

Dans la littérature la seule étude faite sur le soudage de l'alumine avec un alliage d'aluminium est celle effectuée par Kazakov et al.[2]. L'alliage d'aluminium utilisé est riche en magnésium, c'est pourquoi la partie aluminium apparaît oxydée après le soudage par diffusion à l'état solide à 590° C (Fig.IV-4). Les auteurs étudièrent la zone de transition entre au niveau du joint soudé. Ils trouvèrent que le magnésium diffus vers la céramique.

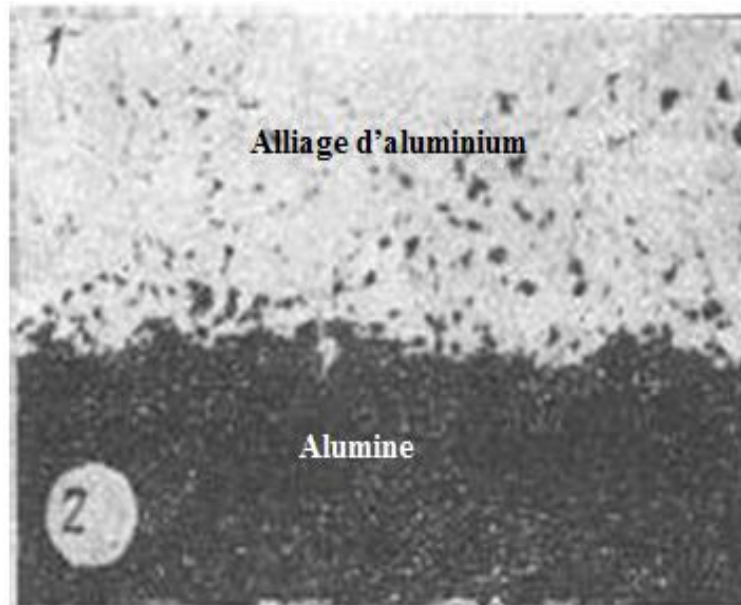


Figure IV-4. Microstructure du joint soudé Alliage d'aluminium/Alumine [2].

La figure IV-5 présente les microstructures du joint soudé alumine/AA6060 réalisé à 600 °C pour différents temps de soudage. Ce traitement thermique régénère une interface fine entre l'alumine collée à l'alliage Al 6060. La figure IV-6 montre plus de détails sur l'interface pendant le temps de maintien à 600°C. Pour 2 min de temps de maintien (Fig.IV-6 a), une fine couche s'est formée dans l'interface. En augmentant le temps de maintien à 3 et 4 minutes, cette interface devient plus épaisse. Nous considérons le temps de maintien de 2 à 4 min (Fig.IV-6 b et c), comme un temps de maintien pour le processus de diffusion. Cependant, la prolongation du temps jusqu'à 5 min a induit une déformation plastique dans cette interface (Fig.IV-6 d). Bedjaoui et al [3] ont constaté que pendant le processus de soudage par diffusion du cuivre avec un alliage d'aluminium des phases intermétalliques se forment à l'interface et plus particulièrement du côté de l'aluminium.

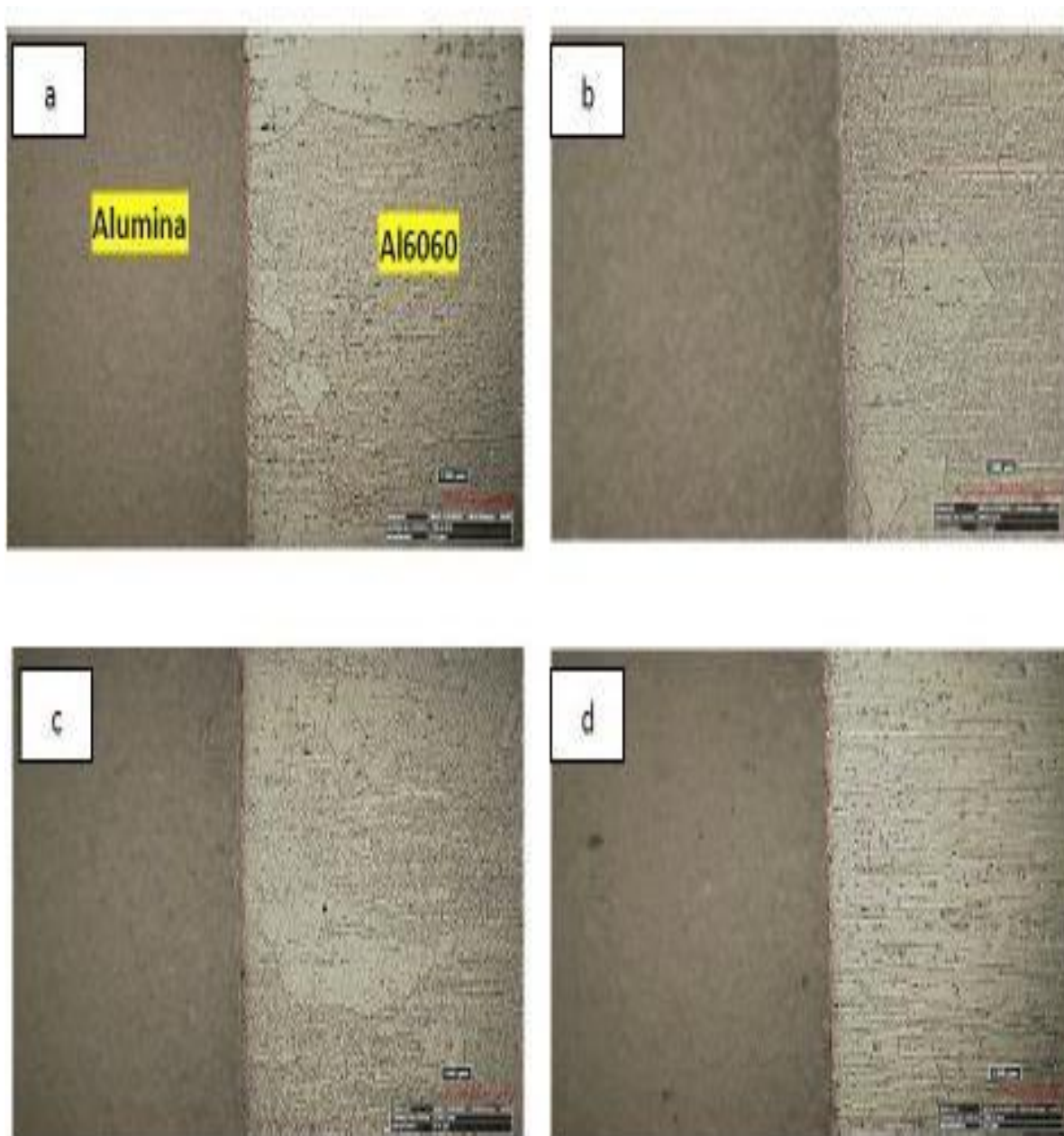


Figure IV-5 : Microstructures de l'alumine soudée à AA6060 à 600 °C pour différents temps de soudage (a) : 2 min, (b) : 3 min, (c) : 4 min, et (d) : 5 min.

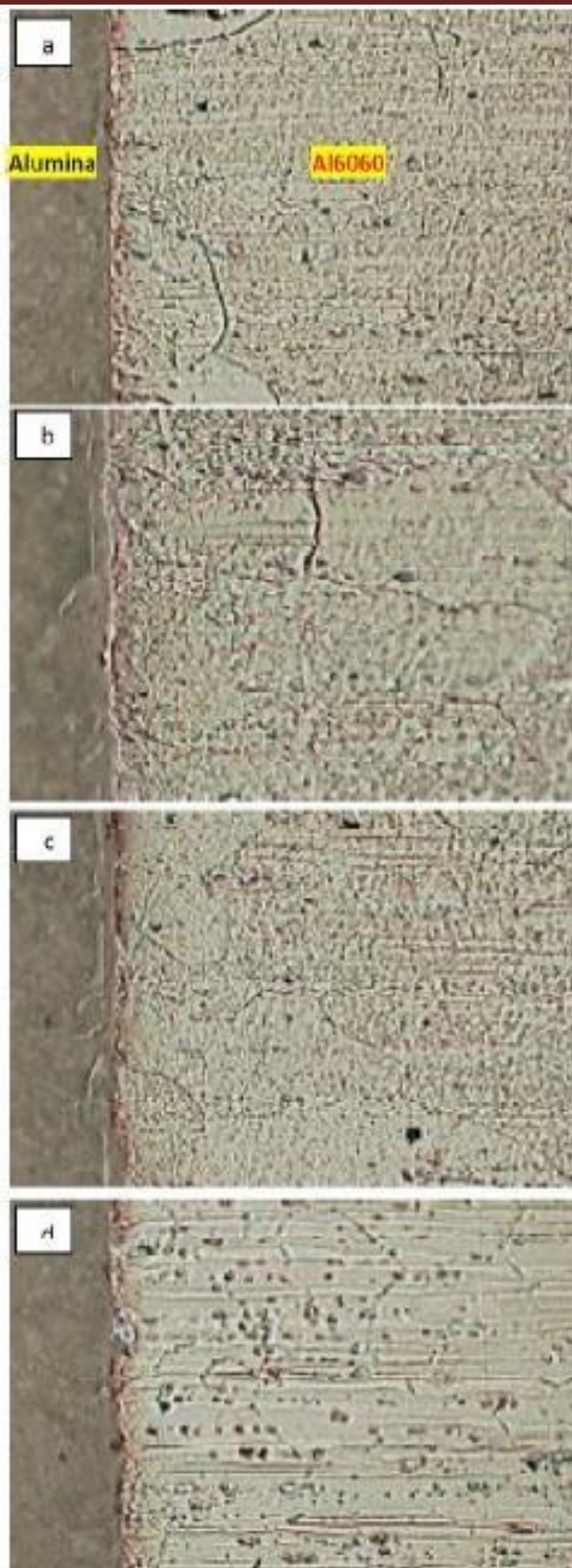


Figure IV-6: Évolution de la microstructure de l'interface Alumine/ AA 6060 à 600°C pour différents temps de soudage (a) : 2 min, (b) : 3 min, (c) : 4 min, et (d) : 5 min

IV.2. Observation macrostructurale

La figure IV-7 présente les macrostructures du joint soudé alumine/AA 6060 réalisé à 600 °C pour différents temps de collage mais avec application du réactif d'attaque. Cette figure montre une liaison sans défaut apparent à l'interface pour les quatre échantillons soudés. De plus, la seule observation est que l'évolution macrostructurale est localisée dans la partie en alliage d'aluminium où les grains s'allongent dans une direction perpendiculaire à l'interface et ces mêmes grains vont subir une recristallisation après un temps de maintien de 4 et 5 minutes à 600 C. Cette recristallisation peut être due à la charge appliquée pendant le soudage et au temps de maintien un peu prolongé.

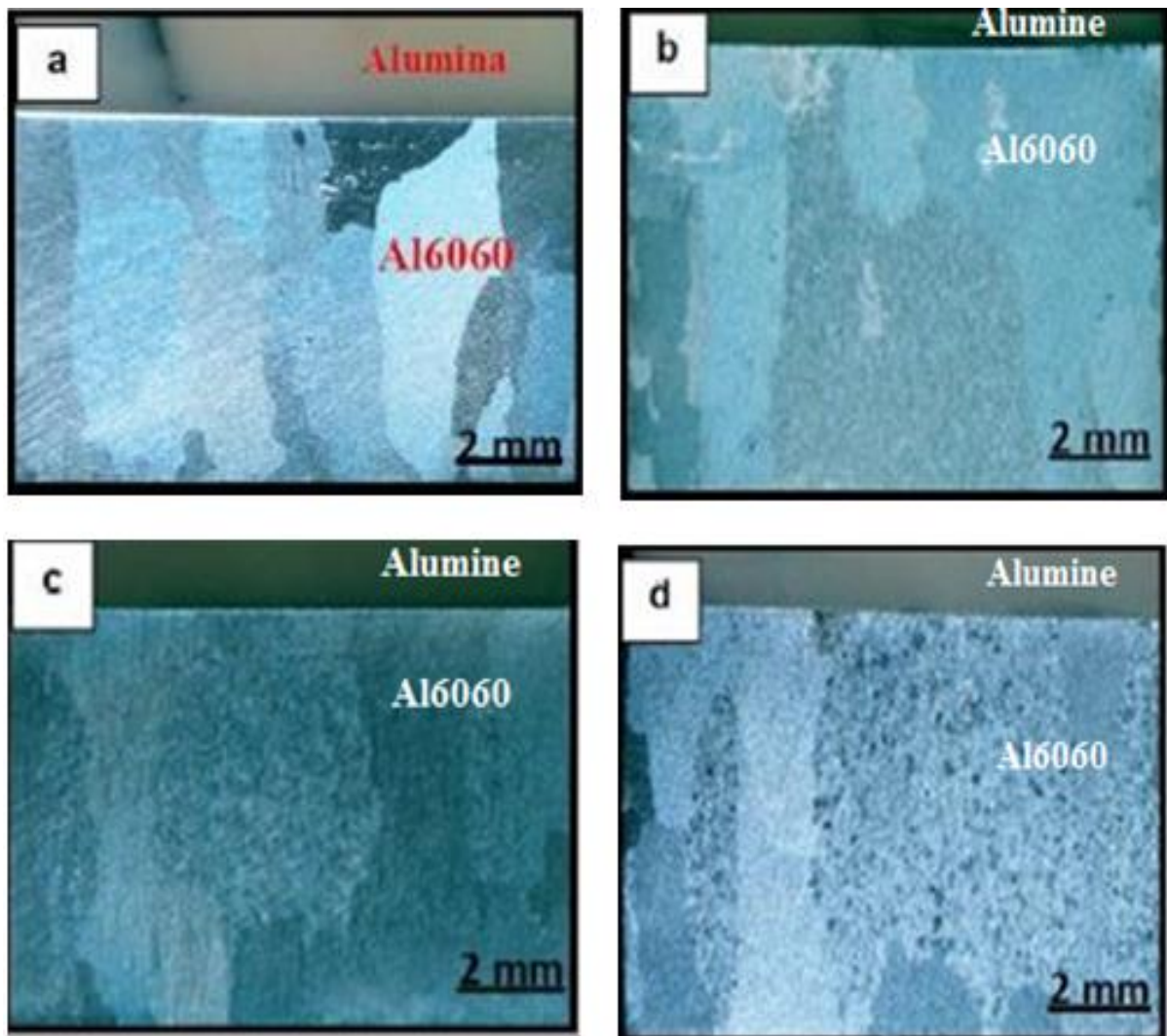


Figure IV-7 : Macrostructures de l'alumine soudée à l'alliage d'aluminium 6060 à 600 °C pour différents temps de soudage (a) : 2 min, (b) : 3 min, (c) : 4 min, et (d) : 5 min.

IV.3. Microscopie électronique à balayage

IV.3.1. Répartition des éléments (Cartographie-X)

La cartographie X effectuée sur l'échantillon soudé à 600°C pendant 3 min (grossissement $\times 4000$) a permis de montrer la répartition et la diffusion des éléments notamment l'aluminium et l'oxygène (Fig. IV-8).

Les résultats représentés sur la figure IV -8 montrent que chaque élément chimique est présenté par un couleur pour voir leur concentration dans le joint soudé. L'oxygène (en bleu ciel), initialement contenu dans l'alumine est essentiellement concentré à l'interface $Al_2O_3/AA6060$ donc il a diffusé vers la partie d'alliage d'aluminium. L'aluminium est malgré leur existence dans les deux partie : partie d'alumine et la partie d'alliage d'aluminium avec une grande concentration, leur présence dans la joint soudé confirme le phénomène de diffusion.

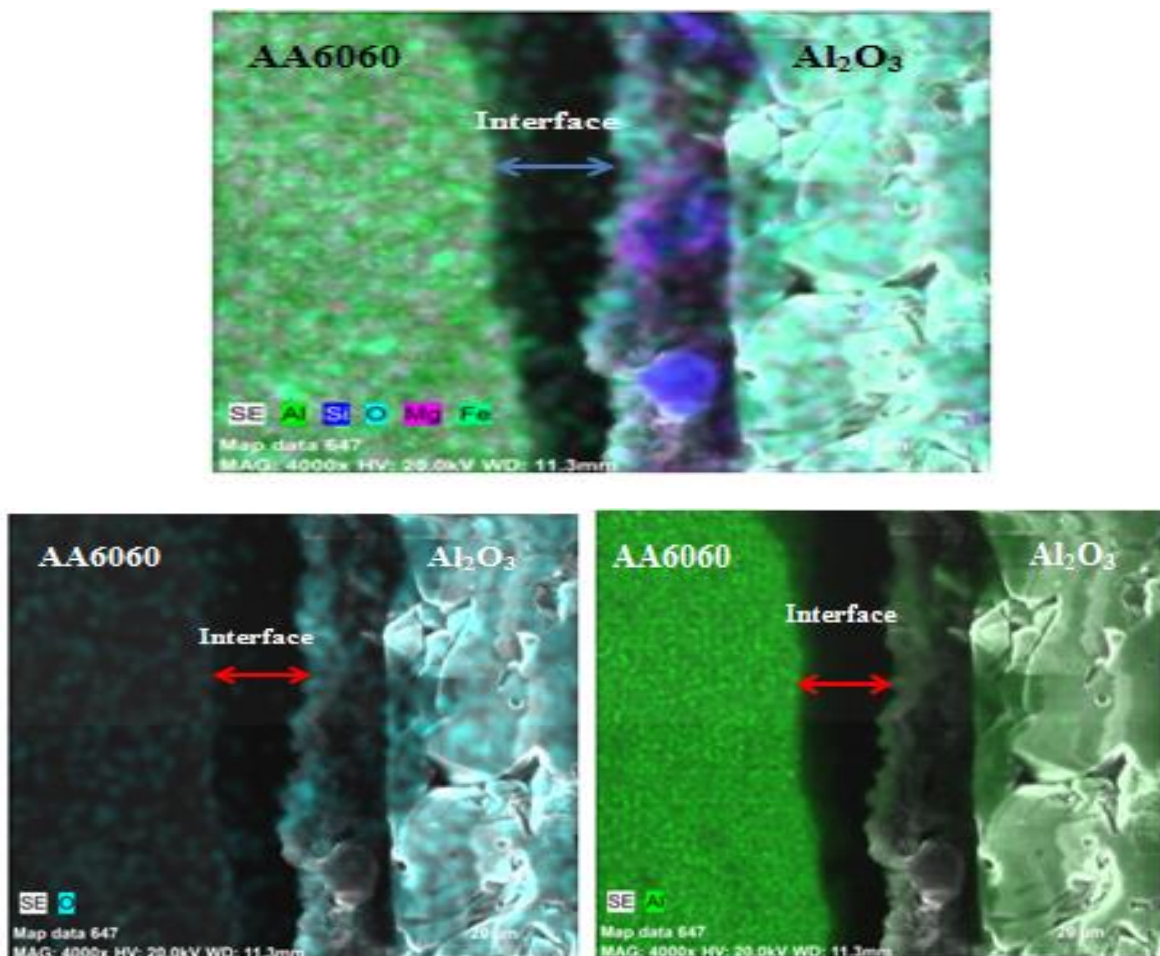


Figure IV-8 : Cartographie X de l'échantillon soudé à 3 min.

IV. 3.2. Spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS)

Afin d'étudier plus profondément la microstructure à l'interface de soudage, une analyse EDS est réalisée sur les quatre échantillons soudés. La figure IV-9 présente l'analyse EDS le long de l'alumine soudée à l'alliage d'aluminium 6060. La diffusion de l'aluminium atomique du métal de base vers la céramique est confirmée (courbe verte), de même que la diffusion de l'oxygène atomique de la céramique vers l'aluminium (courbe rouge). Ce type de diffusion a créé une zone d'interdiffusion entre les deux matériaux dissimilaires. Ce processus d'interdiffusion explique le succès de la liaison entre les deux matériaux dissimilaires. L'interdiffusion d'éléments à travers l'interface pendant le soudage par diffusion à l'état solide a également été observée dans une autre étude sur le soudage des deux aciers dissimilaires [4].

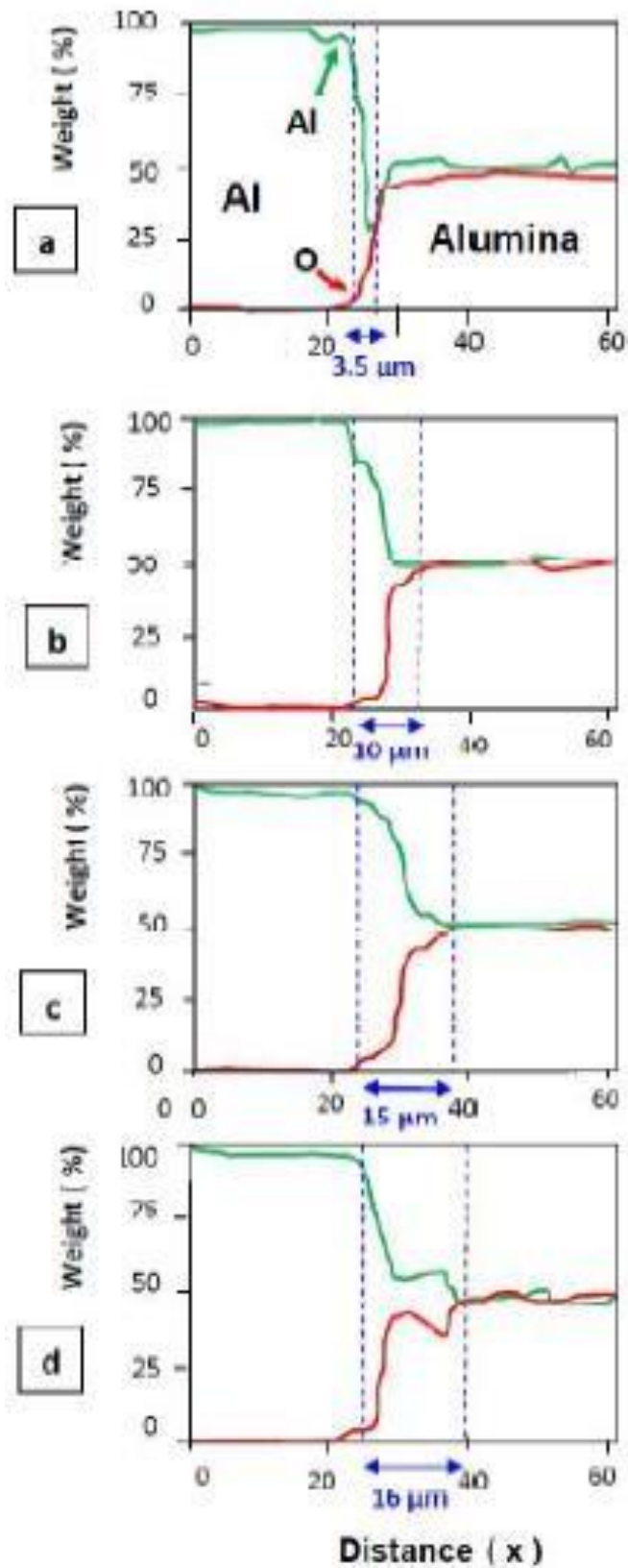


Figure IV-9 : Analyse EDS le long de alumine soudé à l'alliage d'aluminium 6060 à 600 °C pour différents temps de soudage (a) : 2 min, (b) : 3 min, (c) : 4 min, et (d) : 5 min.

IV.3.3. Calcul de Coefficients de diffusion

Dans cette partie d'étude on a fait des calculs pour déterminer les coefficients de diffusion de certains éléments à travers L'interface. Pour atteindre notre objectif, la deuxième loi de Fick a été appliquée [5]. Elle s'écrit sous la forme suivante :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D \frac{\partial C}{\partial x} \right) \quad (\text{IV.1})$$

Si C_x est la concentration d'un élément à distance 'x' de l'interface, la seconde loi de Fick se réécrit comme suit :

$$\frac{\partial y}{\partial x} = D \left(\frac{\partial^2 C_x}{\partial x^2} \right) \quad (\text{IV.2})$$

$$C(x,t) = A - B \operatorname{erf} \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad (\text{IV.3})$$

Où:

$$A = \frac{C_1 + C_2}{2} \quad \text{et} \quad B = \frac{C_1 - C_2}{2} \quad (\text{IV.4})$$

C_1 et C_2 : les concentrations initiales des éléments,

x : est la distance à partir de l'interface,

t : le temps de soudage

D : est le coefficient de diffusion cm^2/s

A partir des équations (IV.3) et (IV.4), l'expression de $C(x, t)$ sera:

$$C_x = \left[\frac{C_1 + C_2}{2} \right] - \left[\frac{C_1 - C_2}{2} \right] \operatorname{erf} \left[\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right] \quad (\text{IV.5})$$

Chapitre IV : Résultats et interprétation

En utilisant l'analyse EDS et MEB, les différentes concentrations des éléments et la distance x de l'interface de chaque côté des métaux de base ont été mesurées (Tableau IV-1).

Dans ce cas, il y a eu un processus d'interdiffusion parce que les atomes de d'aluminium diffusent coté AA6060 vers l'alumine mais les atomes de l'oxygène diffusent du côté d'alumine vers AA6060.

Tableau IV-1 : Les différentes concentrations élémentaires de l'interface liée l'alumine à AA6060, soudés par diffusion à l'état solide à 600°C pendant différent temps 2 min, 3 min, 4 min et 5 min.

Temps	Elément	C1 (wt. %)	C2 (wt. %)	Cx (wt. %)	X (10 ⁻⁶ m)
2 min	Al	98.6	55	50	3.5
	O	45	0.3	45	
3 min	Al	99	50	50	10
	O	50	5	50	
4 min	Al	100	52	50	15
	O	50	0.3	48	
5 min	Al	100	45	46	16
	O	49	0.2	45	

Tableau IV-2 : Valeurs de coefficient de diffusion de Al et O dans l'échantillon soudé Al₂O₃/ AA6060 pendant 5 min.

Temps	D _{Al} (m/s ²)	D _O (m/s ²)
5 min	1,3 .10 ⁻¹⁵	1,1 .10 ⁻¹⁴

IV.4. Diffraction des rayons X

La figure IV-10 présente les diffractogrammes de rayons X des échantillons soudés à la température de 600 °C pour différents temps de maintien. Pour le premier temps de maintien de 2 min (Fig. IV- 9 a) le diffractogramme est composé de pics de haute intensité d'Al, Al₂O₃, et Mg₂Si avec de petits pics négligés de MgO. Les phases Mg₂Si se sont formées dans la matrice à base d'aluminium. D'autre part, la phase MgO est une nouvelle phase qui s'est formée à l'interface pendant la courte durée de liaison à 600 °C. Il a également été observé que les pics de Mg₂Si et de MgO augmentent en nombre et en intensité au fur et à mesure que le temps de maintien augmente. (Fig. IV- 10 b-d).

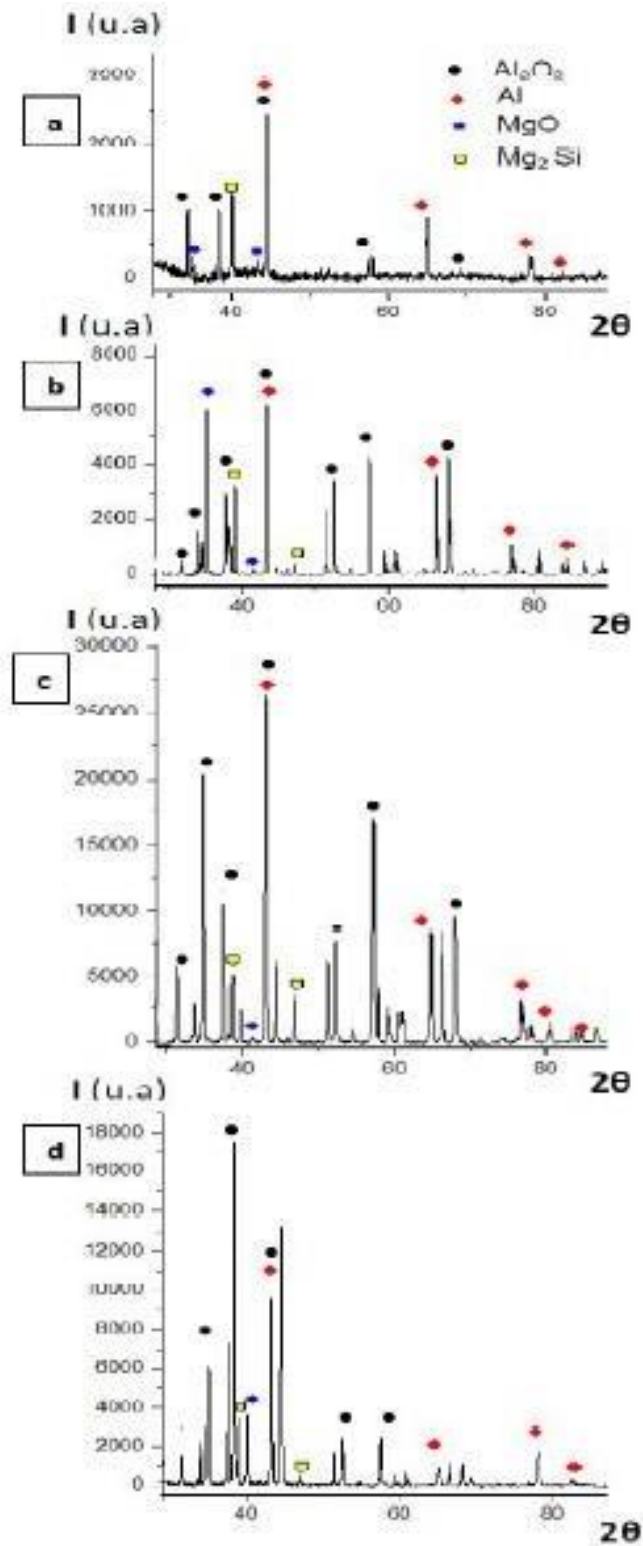


Figure IV-10 : Diffractogrammes des rayons X de l'alumine soudé à AA6060 à 600 °C pour différents temps de soudage (a) : 2 min, (b) : 3 min, (c) : 4 min, et (d) : 5 min.

IV.5. Micro-dureté Vickers

La figure IV-11 montre la variation de la microdureté du côté aluminium du joint soudé à 600°C pour différents temps de soudage (3, 4 et 5 minutes). Les valeurs de dureté les plus élevées sont observées à proximité du joint soudé. Ce comportement mécanique reflète la présence de la zone d'interdiffusion au niveau du joint soudé entre l'alumine et l'alliage d'aluminium 6060. On peut également noter que la courbe de dureté de l'échantillon soudé pendant 5 minutes montre la dureté la plus élevée à l'interface côté d'aluminium, ce qui peut être dû à la formation des composés durcissant. Melik et al [6, 7] ont constaté que lorsque prolongeant le temps de soudage par diffusion d'un matériau composite en aluminium, la dureté du joint soudé augmente, ce qui améliore la soudabilité du matériau.

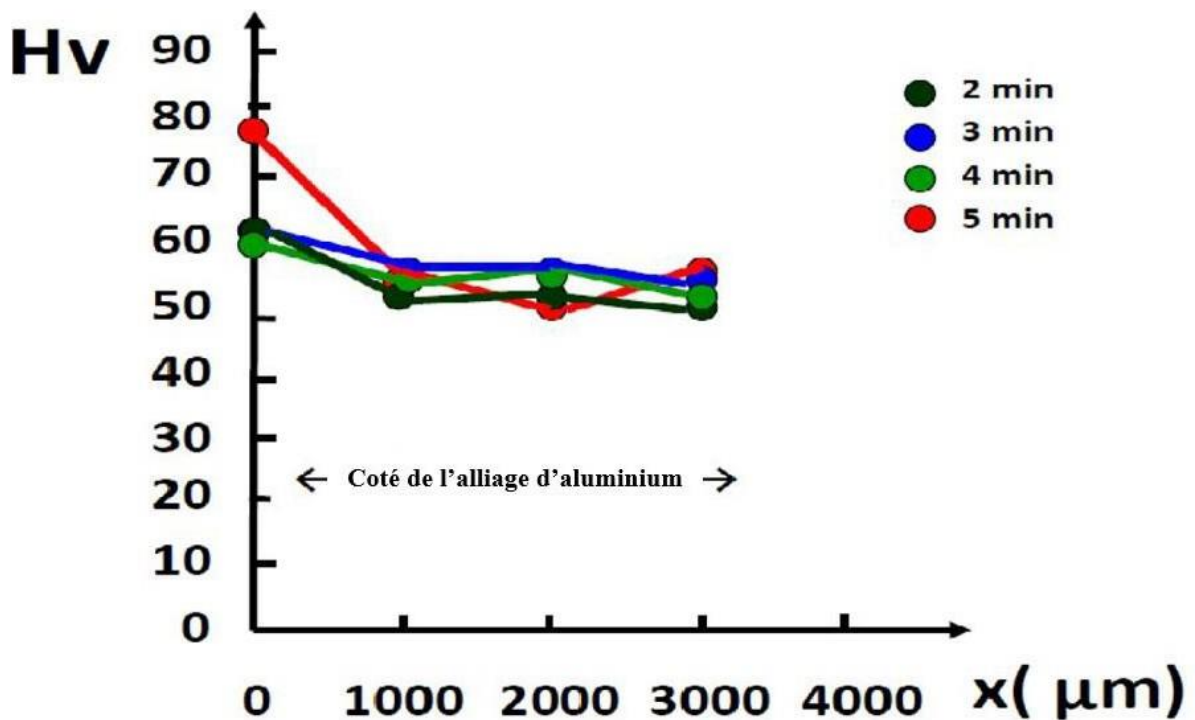


Figure IV-11 : Courbes de microdureté de l'alumine soudée avec AA6060 à 600 °C pour différents temps de soudage (a) : 2 min, (b) : 3 min, (c) : 4 min, et (d) : 5 min.

IV.6. Test de Corrosion

Les courbes de polarisation des échantillons soudés à une température de 600°C pour trois temps de maintien différents (3, 4 et 5 min) sont présentées dans la figure IV-12. La courbe du joint soudé à 2 min n'a pas donné de résultat significatif, c'est pourquoi elle n'a pas été présentée. La figure IV-12 permet de conclure qu'en augmentant le temps de maintien, les courbes de polarisation montrent un déplacement significatif du potentiel de corrosion vers les valeurs les plus négatives, à partir de, ce qui signifie que le joint soudé devient de plus en plus résistant à la corrosion.

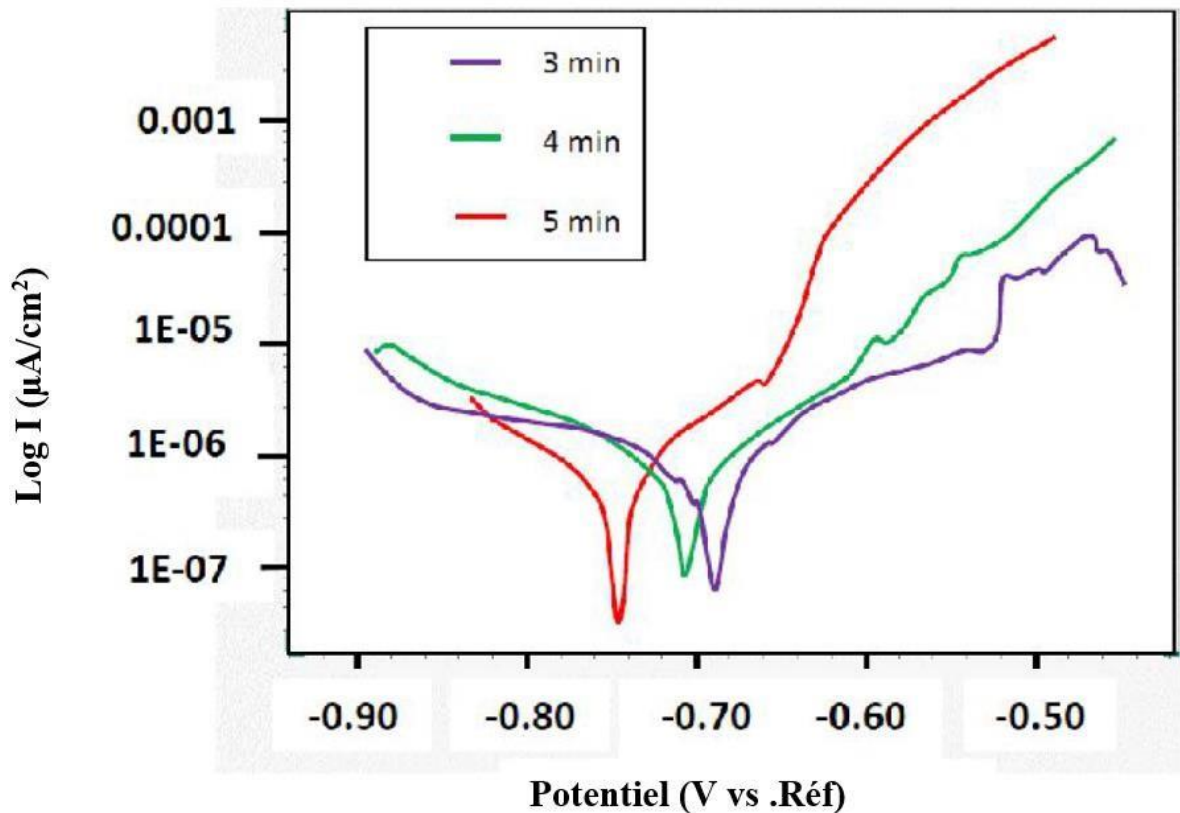


Figure IV-12 : Courbes de polarisation de l'alumine soudée avec AA6060 en solution 3,5% de NaCl à température ambiante

Tableau IV-3 : Paramètres de polarisation potentiodynamique de divers échantillons en solution de NaCl à 3,5 % à température ambiante

Echantillon	E_{corr} (mV/ E_{cs})	I_{corr} (A.cm-2)	b_a (mV/decade)	b_c (mV/decade)
3 min	-690	$1,98.10^{-6}$	0.417	0.207
4 min	-710	$5,5210^{-6}$	0.697	0.269
5 min	-775	2.3910^{-6}	0.383	0.106

Selon la théorie de corrosion si l'intensité de courant de corrosion augmente, la vitesse de corrosion augmente aussi donc la résistance à la corrosion diminue et le matériau devient moins résistant à la corrosion. D'après les valeurs du tableau IV-3, l'échantillon soudé à 3 min est le plus résistant à la corrosion.

IV.7. Test de flexion

Le résultat de test de flexion simple a été réalisé sur l'échantillon soudé à 600° C pendant 4 minutes. On a constaté que la rupture s'est produite au niveau du joint soudé. On a constaté un arrachement de matière (Alumine), car un petit creux a été formé dans la face de contact de l'alumine comme le montre la figure IV-13.

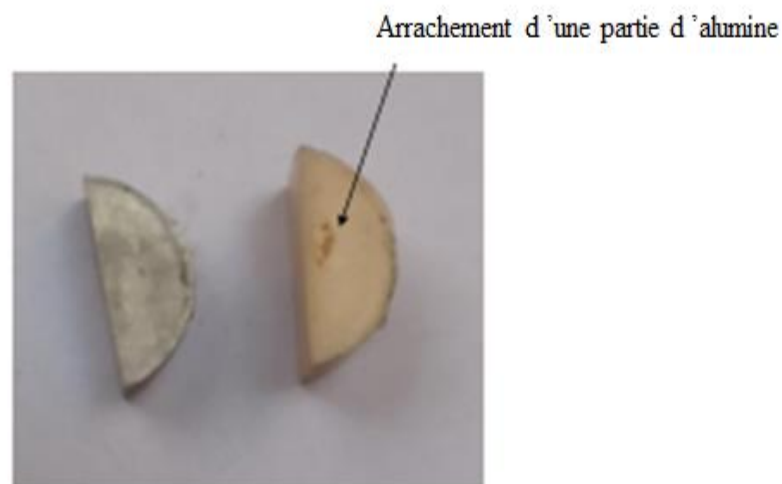


Figure IV-13 : Les deux facies des deux matériaux dissimilaires après le test de flexion.

Références

- [1] M.A. Martinez, J. Rodriguez, C. Navarro, R. Cortes, V.Sanchez-Galvez, Z welding of dense alumina and aluminum by plastic deformation and diffusion, *Journal of Materials Science* 27 (1992) 4230-4236.
- [2] N.P.Kazakov, A.A. Zharkikh ,A.V.Sergeev, A.P.Sysoev,and V.A. Ragulin, Welding alumina ceramics with aluminium alloy,UDC 666.76: 621.791.4: 539.378, 3. 1982.
- [3] W. Bedjaoui, Z. Boumerzoug, and F. Delaunois, Soli-state diffusion welding of commercial aluminum alloy with purecopper, *International Journal of Automotive and Mechanical Engineering*, vol. 2, no. 19,pp. 1 – 13, 2022.
- [4] L. Baghdadi, Z. Boumerzoug, T. Baudin, and F. Bresset , "Soli-state diffusion bonding of X70 steel to duplex stainlesssteel," *Acta Metallurgica Slovaca*, vol. 28, 2, pp.106-112, 2022.
- [5] J.C. Zhao: *Materials Science Studies*, 2005, 1-13. <https://doi.org/10.1016/B0-08-043152-6/02041-6>.
- [6] W. Melik, Z. Boumerzoug, and F. Delaunois, "Solide State Diffusion Bonding of Al6061-SiC Nanocomposites,"*International Journal of Automotive and Mechanical Engineering*, vol. 18, no. 4, pp. 9305 – 9311.2021.
- [7] W. Melik, Z. Boumerzoug, and F. Delaunois, "Fabrication and welding of aluminum composite," *The International Journalof Materials and Engineering Technology*, vol. 5, no. 2, pp. 71 - 74, 2022.

Conclusion Générale

Conclusion Générale

Ce travail de thèse a pour but l'étude de soudage par diffusion à l'état solide d'un alliage d'aluminium à un matériau céramique. Les deux matériaux dissimilaires ont été soudés par le procédé de soudage par diffusion et ensuite caractérisés par plusieurs techniques pour mettre en évidence la microstructure, les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion du joint soudé. Plusieurs techniques de caractérisation ont été effectuées pour mettre en évidence toutes les évolutions microstructurales, mécaniques et chimiques dans le joint soudé.

Nos principaux résultats sont les suivants :

- La technique de soudage à l'état solide a été appliquée avec succès pour assembler la céramique à l'alliage d'aluminium.
- L'analyse par microscopie optique a révélé la bonne qualité du joint, car on n'a pas remarqué aucun défaut visible tel que les pores ou les fissures.
- Une zone d'interdiffusion s'est formée dans le joint soudé entre la céramique et l'alliage d'aluminium.
- Les analyses chimiques à travers l'interface ont confirmé la diffusion de l'Aluminium vers le côté céramique et la diffusion l'oxygène vers le côté de AA6060.
- Les valeurs de microdureté ont montré les valeurs de dureté les plus élevées du côté de l'alliage d'aluminium et près de l'interface.
- L'augmentation du temps de soudage accroît la résistance à la corrosion des matériaux dissimilaires soudés.
- Le test de flexion a montré que la rupture s'est produite au niveau de l'interface Aluminium/Alumine.

Perspectives :

Pour l'avenir, on peut considérer les perspectives suivantes :

- La diversification des alliages d'aluminium à souder par diffusion avec l'alumine, par exemple AA2000 et AA7000.
- L'utilisation des autres techniques de soudage à l'état solide comme le soudage par friction, laser ou ultrason pour bien les comparer.
- La diversification des matériaux céramiques, par exemple le carbure de silicium et le nitrure de silicium.