

UNIVERSITE DE BOURGOGNE
Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne

UNIVERSITE POLITEHNICA TIMISOARA (Roumanie)

THESE

Pour obtenir le grade de

Docteur Chimie-Physique

Par

TOMA Cristian Marius

Maîtrise des interfaces hétérogènes lors d'une opération de soudo-brasage : application au couple aluminium – magnésium

Directeurs de thèse : Dr. CICALA Eugen
Pr. DEHELEAN Dorin
Co-Directeur de thèse : Pr SALLAMAND Pierre

Soutenue le 29 octobre 2012

Jury :

| | | |
|------------------|---|--------------|
| Cécile LANGLADE | Professeur, Université de Technologie Belfort-Montbéliard | Rapporteur |
| Michel AUTRIC | Professeur, Université d'Aix-Marseille | Rapporteur |
| Dominique GREVEY | Professeur, Université de Bourgogne | Examineur |
| Dorin DEHELEAN | Professeur, Université Politehnica Timisoara | Directeur |
| Eugen CICALA | Maître de conférences HDR, Université de Bourgogne | Directeur |
| Pierre SALLAMAND | Professeur, Université de Bourgogne | co-directeur |

Résumé

Les travaux concernent l'étude de l'assemblage dissimilaire d'alliages d'aluminium (Al4043, Al5356) et de magnésium (RZ5, AZ31) par les procédés CMT et laser. La méthode des plans d'expériences statistiques a été mise en œuvre afin d'analyser les effets des paramètres opératoires de soudage et la nature chimique des substrats et des fils d'apport. Les effets chimiques, thermomécaniques et énergétiques ont été étudiés dans l'objectif de contrôler et de diminuer l'épaisseur de la couche intermétallique formée entre la zone fondue et le métal de base et considérée comme critique pour la fissuration. La microstructure a été caractérisée par microscopie optique, MEB, EDS, rayons X, dureté et nano-indentation.

La rupture dans la couche d'interface est liée à la formation de composés intermétalliques (Al_3Mg_2 , $Al_{12}Mg_{17}$), d'une dureté jusqu'à 350 HV_{0,025}, ainsi qu'à l'épaisseur de la couche et des éléments d'alliage. Le RZ5 a été assemblé avec succès avec le fil d'apport Al4043 par les deux procédés CMT et laser.

Suite à l'analyse systématique des résultats, qui montre un meilleur comportement d'Al4043/RZ5 qui contient du zirconium, l'ajout de cet élément dans la zone fondue a permis de montrer une amélioration de la qualité des joints par effet sur la microstructure.

Pour l'assemblage laser, une modification des conditions des vitesses de refroidissement par un pompage thermique plus rapide par l'utilisation d'un support de plaques de cuivre a induit une modification des couches d'interface et montre tout l'intérêt de maîtriser les conditions opératoires. Par ailleurs, une vibration ultrasonore des substrats a été testée pour modifier la formation des zones problématiques.

Mots clés : *assemblage hétérogène, laser, CMT, intermétalliques, microstructure.*

*Mechanical Engineering Faculty, „Politehnica” University of Timisoara, Mihai Viteazul nr.1,
300222, Timisoara, Romania*

*Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne, UMR6303 CNRS-Universite de Bourgogne,
12 rue de la Fonderie,71200 Le Creusot, France*

*ISIM—National R&D Institute for Welding and Material Testing, Bv. Mihai Viteazul 30, 300222
Timisoara, Romania*

Mastering of dissimilar interfaces by braze welding process: application for aluminium – magnesium couple

Abstract

This work concern a study of the dissimilar joining of aluminium (Al4043, Al5356) and magnesium (RZ5, AZ31) by CMT and laser welding process. The method of statistical design of experiments has been implemented in order to analyse the effects of the technological welding parameters and the chemical nature of the base and filler metal. The chemical, thermo-mechanical and energetic effect were studied with the aim to control and decrease the thickness of the intermetallic layer formed between the melted zone and the base metal and considered to be critical to cracking. The microstructure was studied by optical and SEM microscopy, EDS, X-ray, hardness and nanoindentation.

The fracture produced in the interface layer has been related to the intermetallic compounds (Al_3Mg_2 and $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$), with a hardness up to $350 \text{ HV}_{0.025}$, as well of the thickness of the interface layer and to the alloying composition. The RZ5 as base metal was successfully joined with the Al4043 welding wire, in both CMT and laser process.

According to the systematically analyse, who shows a better welding ability of the couples Al4043/RZ5, which contains zirconium, by the adding of this element in the molten metal the welding ability improvement was showed.

For the laser joining, a modification of the cooling condition by a accelerate thermal cycle, by using a copper support for the base metal was induce a modification of the interface layer, showing the interest of mastering the technical condition. Moreover, a ultrasonically vibration of the base metal was tested in attempting to modify the formation of the problematical zones.

Keywords: dissimilar joining, laser, CMT, intermetallics, microstructure.

*Mechanical Engineering Faculty, „Politehnica” University of Timisoara, Mihai Viteazul nr.1,
300222, Timisoara, Romania*

*Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne, UMR6303 CNRS-Universite de Bourgogne,
12 rue de la Fonderie,71200 Le Creusot, France*

*ISIM—National R&D Institute for Welding and Material Testing, Bv. Mihai Viteazul 30, 300222
Timisoara, Romania*

Table des matières

| | |
|---|------------|
| Introduction générale..... | 5 |
| Chapitre 1 : ASSEMBLAGE ALUMINIUM / MAGNESIUM ETAT DE L'ART..... | 7 |
| 1.1. Généralités sur l'assemblage hétérogène | 7 |
| 1.2. Problématique de l'assemblage aluminium / magnésium | 10 |
| 1.3. Technique d'assemblage..... | 28 |
| Chapitre 2 : OBJECTIFS, METHODOLOGIE ET MOYENS MISES EN ŒUVRE | 33 |
| 2.1. Les objectifs..... | 33 |
| 2.2. La stratégie expérimentale..... | 33 |
| 2.3. Les moyens d'expérimentations | 38 |
| Chapitre 3 : RESULTATS EXPERIMENTAUX, DEVELOPPEMENT DE PROCEDES ET COMPREHENSION DES PHENOMENES EN SOUDAGE CMT | 47 |
| 3.1. Introduction | 47 |
| 3.2. Analyse systématique – programme expérimental..... | 47 |
| 3.3. Analyses et résultats | 49 |
| 3.4. Discussion sur les résultats | 56 |
| 3.5. Conclusion | 63 |
| Chapitre 4 : RESULTATS EXPERIMENTAUX, DEVELOPPEMENT DE PROCEDES ET COMPREHENSION DES PHENOMENES ASSOCIES EN SOUDAGE LASER..... | 65 |
| 4.1. Introduction | 65 |
| 4.2. Analyse exploratoire - programme expérimental | 66 |
| 4.3. Analyse des résultats des dépôts laser | 68 |
| 4.4. Conclusion..... | 100 |
| Chapitre 5 : CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES | 101 |
| 5.1. Résumé des travaux | 101 |
| 5.2. Conclusion..... | 102 |
| 5.3. Perspectives | 104 |
| Bibliographie..... | 105 |
| ANNEXES..... | 111 |
| Annexe 1a : programme exploratoire complet avec trois facteurs d'influence sur deux niveaux pour les dépôts par CMT | 112 |
| Annexe 1b : Conditions opératoires des essais préliminaires des dépôts par CMT | 113 |
| Annexe 2a : Programme exploratoire complet avec trois facteurs d'influence sur deux niveaux pour les dépôts par laser..... | 114 |
| ANNEXE 2b: Conditions opératoires des essais préliminaires des dépôts par laser..... | 116 |

Introduction générale

L'**objectif** de ce projet est de comprendre la phénoménologie, de maîtriser et d'assembler de façon durable des matériaux dissemblables d'alliages d'Al et Mg, ce qui est devenu un fort enjeu industriel. Mais dans d'autres cas, cette approche conduit inéluctablement à l'apparition de phases intermétalliques fragiles. La solution est donc de se tourner vers des procédés avec une énergie concentrée qui permet facilement un contrôle précis d'échauffement. Dans ce cas, les technologies laser et CMT (Cold Metal Transfer) sont techniquement intéressantes parce qu'elles permettent un chauffage localisé et une automatisation du procédé. **La problématique** concerne les résultats et la reproductibilité limitée sur des assemblages d'aluminium et de magnésium en gardant le contrôle de l'interface hétérogène dans le but de la compréhension de la phénoménologie d'élaboration et de rétroaction sur le procédé afin d'aboutir à une liaison métallurgique saine, durable et résistante.

La réalisation d'un assemblage hétérogène sain pose de nombreuses questions concernant leur résistance mécanique et quant à la future tenue en corrosion des assemblages. La forte réactivité et l'incompatibilité métallurgique entre le magnésium et la plupart des éléments chimiques est le cœur du problème. Afin de contourner cette difficulté de formation et d'accumulation des composés intermétalliques aux interfaces solides-liquides, les solutions envisageables sont de limiter au maximum le mélange à l'état fondu des deux métaux, d'observer et maîtriser dans une expérience systématique les facteurs d'influence de nature chimique et énergétique et leur niveau d'effet.

Le présent document est structuré en cinq chapitres principaux et trois compléments :

- Le premier chapitre est un état de l'art décrivant globalement les généralités, les problématiques, les techniques d'assemblages hétérogènes existantes et le cas particulier de l'Al-Mg. Les méthodes adaptées à l'assemblage hétérogène vont du soudage par fusion avec énergie concentrée, comme le soudage laser et le soudage par arc CMT (Cold Metal Transfer) à des procédés par brasage, collage, procédés hybrides et soudage par friction et malaxage dans l'état solide – FSW (Friction Stir Welding). Les principaux problèmes liés à la création d'une liaison métallurgique hétérogène, comme la formation de phases intermétalliques, sont abordés dans ce chapitre.
- Le second chapitre présente les objectifs des travaux, les matériaux et les moyens mis en œuvre et la stratégie expérimentale à partir d'une expérimentation factorielle générée par la méthode des plans d'expériences. Les techniques de caractérisation, les équipements et les dispositifs sont aussi présentés. La mise en place des expérimentations réalisées envisage : des dépôts par laser, des dépôts par CMT, une agitation par ultrasons du bain, un pompage thermique fort et l'ajout de Zr.
- Le troisième chapitre présente les résultats obtenus et les analyses employées pour les dépôts dissimilaires en soudage CMT. La stratégie expérimentale et les essais réalisés pour la réalisation d'un dépôt d'un fil d'alliage d'aluminium sur un substrat en alliage de magnésium par procédé CMT sont décrits et l'analyse des résultats est présentée. L'exploration systématique permet d'observer l'évolution des phases intermétalliques fragiles à l'interface Al / Mg avec les propriétés mécaniques par rapport au procédé

CMT, l'influence des paramètres opératoires et la chimie des assemblages par rapport aux matériaux employés.

- Le quatrième chapitre présente les résultats obtenus pour les dépôts dissimilaires en soudage laser. Le mode systématique de la recherche par la mise en place des plans d'expériences est aussi utilisé dans ce cas. Au-delà de l'analyse du comportement des phases intermétalliques en fonction des niveaux des facteurs d'influence spécifiques (chimie des matériaux, paramètres opératoires, etc.), les influences de l'agitation ultrasonique de bain, d'un refroidissement rapide et l'ajout de zirconium sont aussi observées.
- Une conclusion finale au travail, puis des perspectives sont faites dans le cinquième chapitre.
- Afin de compléter les résultats, les tableaux avec les conditions opératoires des différents essais sont indexés en annexe

Chapitre 1 : ASSEMBLAGE ALUMINIUM / MAGNESIUM ETAT DE L'ART

1.1. Généralités sur l'assemblage hétérogène

Aujourd'hui, la recherche des nouveaux designs permettant, soit d'assurer une fonction non atteinte, soit d'alléger une structure est de la plus haute importance et conduit assez souvent à l'association de différents matériaux. Aussi la demande des assemblages hétérogènes se relève dans les problèmes de comportement mécanique différent pour des sections différentes dans le même assemblage. Un assemblage hétérogène sain est un assemblage qui a la résistance mécanique à minimum de celle du plus faible des matériaux à assembler et une ductilité suffisante pour éviter la rupture dans la zone fondue.

La problématique des assemblages hétérogènes est la zone de transition entre les matériaux et plus spécifiquement les composés intermétalliques qui peuvent se former. La ductilité, la sensibilité à fissuration, la susceptibilité à la corrosion, la quantité de composés intermétalliques et leurs dispositions en soudure peuvent déterminer l'échec de l'assemblage. Des composés intermétalliques très fragiles se forment lorsque les métaux comme l'acier, le cuivre, le magnésium ou le titane sont soudés par fusion avec l'aluminium. Il est aussi important d'avoir une zone de solubilité entre les matériaux à souder. Dans quelques cas, quand il n'y a pas de solubilité entre les matériaux à souder ou bien une trop grande réactivité chimique, il est nécessaire d'utiliser un troisième matériau agissant comme une barrière intermédiaire (matériau de transition), qui confèrera un intervalle commun de fusion ou une limitation des réactions chimiques ou une zone de solubilité entre les deux matériaux dissimilaires. Une méthode consiste dans une insertion composite comme zone de transition entre les deux matériaux dissimilaires en utilisant un procédé d'assemblage qui n'implique pas de fondre.

Le soudage par friction, le soudage par ultrasons, le soudage par explosion, le soudage par pression, le soudage par diffusion, le brasage, le soudage laser, le soudage par faisceau d'électrons et des méthodes conventionnelles de GTAW et de GMAW, ou des processus hybrides sont employés pour joindre l'aluminium au composant dissimilaire prévu, constituant la méthode la plus facile pour l'assemblage dissimilaire d'aluminium avec d'autres métaux.

L'immersion chaude ou les enduits plaqués sur le métal différent facilitent le collage par diffusion et la soudure de l'aluminium à ces métaux. [Liu L – 09b]

Les facteurs importants pour l'assemblage dissimilaire sont les propriétés de matériaux déterminés par la composition chimique (éléments et microéléments d'alliage). Ceux-ci vont influencer les phénomènes de transport du liquide dans le bain fondu, étant aussi déterminants pour la forme du bain fondu [Abd K - 09]. Ainsi, en regardant les propriétés thermochimiques, une grande différence de coefficient de dilatation peut engendrer des tensions internes dans la zone intermétallique (associé à une grande dureté et fragilité) pendant le refroidissement et conduire à la fissuration. Aussi, les intervalles de fusion doivent être considérés pour l'utilisation d'une source de soudage thermique. Si les intervalles de fusion des matériaux sont différents, un des matériaux va fondre plus rapidement que l'autre et donc conduire à une composition chimique pouvant favoriser la fissuration. Pour le soudage des métaux avec différentes propriétés thermiques, un apport de chaleur par énergie concentrée constitue un avantage. Pour un soudo-brasage, contrôler la réactivité chimique est une nécessité. Cette solution est usuelle pour des matériaux avec des intervalles de fusion différents, mais si elles sont superposées, le contrôle est encore plus difficile.

La différence dans l'échelle électrochimique entre les matériaux, est un indicateur sur la susceptibilité à la corrosion de la zone intermétallique. S'il y a une grande différence, la corrosion représente un problème important.

Les propriétés physiques différentes des matériaux dissimilaires conduisent à une grande complexité dans la forme de bain, la microstructure de solidification et la ségrégation. En fonction des propriétés des couples des matériaux, les assemblages hétérogènes peuvent être classifiés en joints :

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

1.1.1. Assemblages hétérogènes avec une miscibilité partielle : exemple du couple Cu-Fe

Les assemblages Cu-Fe présentent des différences de propriétés thermo-physiques, de miscibilité et un risque de fissuration intergranulaire. Le mécanisme de formation de phases est expliqué par le processus d'interdiffusion, mais la formation dans un système d'alliage est loin d'être compris du point de vue thermodynamique et cinétique. [Hua J - 1998]

Les composants sont partiellement miscibles à l'état liquide et solide et ne forment pas de composés intermétalliques fragiles. Ainsi la soudabilité des assemblages est déterminée principalement par les propriétés du système Cu-Fe. La difficulté d'assembler ces matériaux réside dans la grande différence de conductivité thermique et de température de fusion ainsi que la non mouillabilité de l'acier austénitique par le cuivre fondu. La composition chimique est déterminée par les différences des températures de fusion et la vaporisation des matériaux, par l'apport énergétique, la durée du cycle thermique et la position de la source d'énergie par rapport au plan de joint qui doit tenir compte de la différence des propriétés thermiques des matériaux de base afin de fixer la composition chimique de la zone fondue. Si la quantité de cuivre fondu n'est pas suffisante pour former des zones non-miscibles importantes, la distribution des éléments est contrôlée par la diffusion du cuivre dans l'inox fondu. Pour un certain taux de cuivre, on observe la coexistence de régions non-miscibles de cuivre et de fer. La vitesse de refroidissement influence les microstructures de la zone fondue, augmente la solubilité du matériau opposé avec la croissance de la vitesse et conduit plutôt à la formation des structures granulaires ou globulaires formées par la coalescence des gouttes non-miscibles. Dans le même temps, la distribution spatiale des éléments ainsi que des phases résultantes peuvent être influencées par le régime et le sens d'écoulement du fluide. [TOM I - 2010]

La fissuration d'interface peut être attribuée à la différence des coefficients de dilatation thermique des matériaux et à la fissuration intergranulaire de l'austénite provoquée par l'infiltration du cuivre dans les joints de grain. [TOM I -2010, TOM I - 12]

La dilution est importante parce qu'elle va influencer la proportion des zones miscibles et non miscibles. Si le taux de dilution est élevé, un nombre important de particules et une zone de transition épaisse sont générés à l'interface. Si le taux de dilution est bas, la zone de transition est générée juste dans la zone supérieure d'interface. [CHE Y - 2009]

Il est important d'éviter une dilution excessive des éléments contenus dans l'acier, dans la zone liquide car un taux élevé de Fe dans l'alliage de cuivre génère des zones fragiles.

Pour des sections épaisses de substrat de cuivre, un préchauffage avant le soudage est nécessaire.

1.1.2. Assemblages hétérogènes avec des propriétés thermophysiques très différentes (Ti-Ta).

Les propriétés thermophysiques et métallurgiques très différentes du Ti et du Ta posent des difficultés sur l'assemblage hétérogène de ces matériaux, comme la proximité des températures de fusion du tantale (2996°C) et de vaporisation du TA6V (3300°C). La solution technologique consiste à décaler le faisceau laser du côté du Tantale pour retarder la vaporisation du TA6V.

Une grande hétérogénéité chimique est obtenue à cause d'un mélange incomplet. Deux types de morphologies microstructurales sont obtenues : sous forme d'îlots avec un fort enrichissement en tantale (faible pourcentage de titane), entouré d'un liseré continu (de 3-5 µm) et uniforme en composition au bord des îlots. Une deuxième morphologie est formée dans un liquide riche en titane contenant des dendrites riches en tantale (solution solide de tantale et de titane en phase β). Le diagramme de phase montre une grande solubilité de phase β du tantale et du titane. Les mouvements de convection régnant dans le bain liquide riche en titane provoquent un mécanisme « d'érosion » du tantale échauffé et en contact avec le bain liquide. C'est-à-dire que des morceaux de matière du métal de base tantale sont arrachés. Ainsi, du fait des mouvements de convection, des pavés de tantale circulent dans la zone fondue. A ce moment précis, un début de diffusion du titane dans le tantale est suspecté, pour une température probablement proche de 3000°C.

Des assemblages hétérogènes Ti et Ta avec des zones fondues sans défauts du type fissure ou retassure peuvent être obtenues, conduisant à une tenue mécanique de la liaison satisfaisante [Mal A - 08].

1.1.3. Assemblages hétérogènes pouvant conduire à la formation de phases intermétalliques aux interfaces (Ti-Inox, Al-Fe, Al-Mg).

D'abord, il faut trouver un matériau d'apport qui a une soudabilité bonne ou satisfaisante avec les deux substrats. Pour le couple Ti-Fe, la solution est de mettre un matériau de transition à l'interface ou le remplacement de l'assemblage Ti-Fe par Ti-Cu ne conduit pas à une baisse significative de la dureté, mais permet d'éviter la formation de la phase très fragile TiFe₂, rendant l'assemblage direct, impossible. La grande ductilité du cuivre représente un autre avantage qui compense la fragilité des phases, si ces dernières sont dispersées.

Les propriétés mécaniques de l'assemblage sont déterminées par la composition locale de la zone fondue, qui dépend de l'importance de la convection ou du taux de mélange des matériaux. Le compromis entre la minimisation du mélange de titane avec le fer et une bonne liaison entre le feuillard et les métaux de base, doit être recherché. [TOM I -2010]

La littérature montre qu'à l'assemblage Ti-Inox, des produits de réaction primaires avec Cr, Fe et Ti sont formés. L'utilisation de cuivre comme matériau tampon à l'interface est considéré comme améliorant, grâce à une baisse de température et de temps de collage (bonding) dû à un point bas de fusion, concernant les Fe, Cr, Ni et Ti. Une augmentation de transport des atomes de ces éléments à une température supérieure encouragera un bon contact des surfaces. De plus, le cuivre ne forme pas de composés intermétalliques avec l'acier. Sur le diagramme binaire Ti-Cu, la formation des phases Cu₂Ti, Cu₃Ti₂, CuTi et CuTi₂, se produit avec l'augmentation de la teneur de Cu. La phase intermétallique Cu-Ti a une plasticité supérieure à la phase Fe-Ti. Le Ni a été aussi utilisé comme couche de transition à l'interface hétérogène avec des résultats satisfaisants par l'absence de formation des composés intermétalliques Fe-Ti et Fe-Cr-Ti. [KUN S - 2008]

Le fer et l'aluminium sont métallurgiquement incompatibles. En effet, le diagramme binaire Fe-Al, montre qu'il n'y a pratiquement aucune miscibilité entre le fer et l'aluminium et prévoit la formation des phases intermétalliques Al₅Fe₂, Al₂Fe, Al₅Fe₄, Al₃Fe et AlFe. Avec l'apport d'une énergie concentrée, la propagation des phases fragiles est limitée. Si l'acier n'est pas fondu, les phases fragiles se limitent à une épaisseur maximale de 10 à 20 µm sur une partie de l'interface acier/cordon. De plus, pour une énergie localisée (laser), beaucoup

moins de déformations résiduelles sont générées. La difficulté est de trouver un compromis entre, avoir une bonne géométrie (globalement chauffer plus et plus largement) et limiter la croissance des phases fragiles (chauffer moins et plus localement). Aussi, dans ce cas, le premier problème concerne le choix d'un métal d'apport compatible avec ces deux matériaux de base. Le premier choix est l'utilisation d'un alliage, à bas point de fusion, à base de zinc. Dans ce cas, l'énergie à apporter par le laser est faible car le rendement de l'interaction est bon. Le mauvais aspect du cordon est un point négatif tout comme la fissuration différée du cordon. Le second choix est l'utilisation d'un alliage à base d'aluminium, pour lequel le procédé est peu robuste en raison de la forte réflectivité du matériau d'apport car le rendement de l'interaction est faible. Le point particulièrement positif de ce matériau est qu'il permet d'obtenir des joints ayant un très bel aspect de surface et un faciès de rupture ductile (relativement à l'apport à base de zinc qui présente plutôt un comportement fragile à la rupture).

La problématique se pose toujours au niveau de l'interface aluminium-acier, ou maîtriser ces interfaces signifie maîtriser la qualité du cordon. Cette qualité est contrôlée, en premier lieu, par les conditions de l'apport d'énergie (puissance du laser, forme du spot laser, vitesse de déplacement de la source d'énergie). Le problème principal des joints est le point froid en pied des cordons, c'est-à-dire l'endroit du cordon le plus éloigné de la source d'énergie. La conclusion est donc d'apporter de l'énergie en pied de cordon en préchauffant le fil. Cette solution est toute indiquée dans le cas d'un fil à base d'aluminium en raison de sa faible absorptivité vis-à-vis de l'onde laser. Des résultats probants ont été obtenus grâce à cette technique. Cette étude montre qu'à partir du moment où le substrat en acier n'est pas surchauffé, cette couche n'est pas responsable de la rupture des éprouvettes. La rupture s'initie principalement à partir des défauts en pied de cordon. Il est clair, que si l'interface acier/cordon est soumis à un effort de pelage, la résistance mécanique est alors faible, comme c'est le cas en général pour tout assemblage homogène. [MAT A – 2005, Mat A – 06, Mat A - 07].

Pour réaliser le soudage hétérogène Al-Fe, il est préférable de ne pas passer à l'état liquide un des deux matériaux concernés. C'est la raison pour laquelle la plupart des études sur l'assemblage hétérogène Al-Fe par des procédés avec fusion ont été réalisées entre l'acier solide et l'aluminium liquide. [SIE G - 2006]

Le couple de matériaux Al-Mg présente la même problématique de formation de phases intermétalliques. La problématique et les possibles solutions envisagées pour ce couple, vont être présentées par la suite.

1.2. Problématique de l'assemblage aluminium / magnésium

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

1.2.1. Miscibilité et réactivité dans l'assemblage hétérogène Al-Mg

Al et Mg sont faiblement miscibles (la miscibilité maximale du Mg dans Al est de 17,4% en poids à 450 °C, respectivement de l'Al dans le Mg est de 12,4% en poids à 437 °C [ASM - 92]) mais la forte réactivité de magnésium avec l'aluminium conduit à un développement massif des composés intermétalliques. Dans l'interface dissimilaire, une couche intermétallique d' Al_3Mg_2 et d' $Al_{12}Mg_{17}$ se forme dans tous les cas.

La caractérisation de phases intermétalliques $Mg_{17}Al_{12}$ et Al_3Mg_2 , montre des similarités de propriétés nano-mécaniques. Le module élastique est réduit (66,8 GPa pour $Mg_{17}Al_{12}$; 68,6

GPa Al_3Mg_2 ; 47,7 GPa pour Mg et 69 GPa pour Al) et la dureté est élevée (~360HV pour $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ et Al_3Mg_2). Les propriétés mentionnées ont été déterminées par nano-indentation. [Zha X – 10]. Avec une forte dureté et un module d'élasticité réduit et des accumulations en partie basse de la soudure, les phases intermétallique Al_3Mg_2 , $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ sont malfaisantes pour l'assemblage, et sont la principale cause de fissuration et d'échec des assemblages. [Bor R – 05; Liu P – 07]

Pour comprendre les transformations qui se produisent dans le système Al – Mg, les diagrammes d'équilibre binaires et ternaires Al – Mg sont utilisés. Les principales phases dans le système sont mises en évidence sur le diagramme binaire Al-Mg pour une solidification dans l'état d'équilibre (figure 1.1).

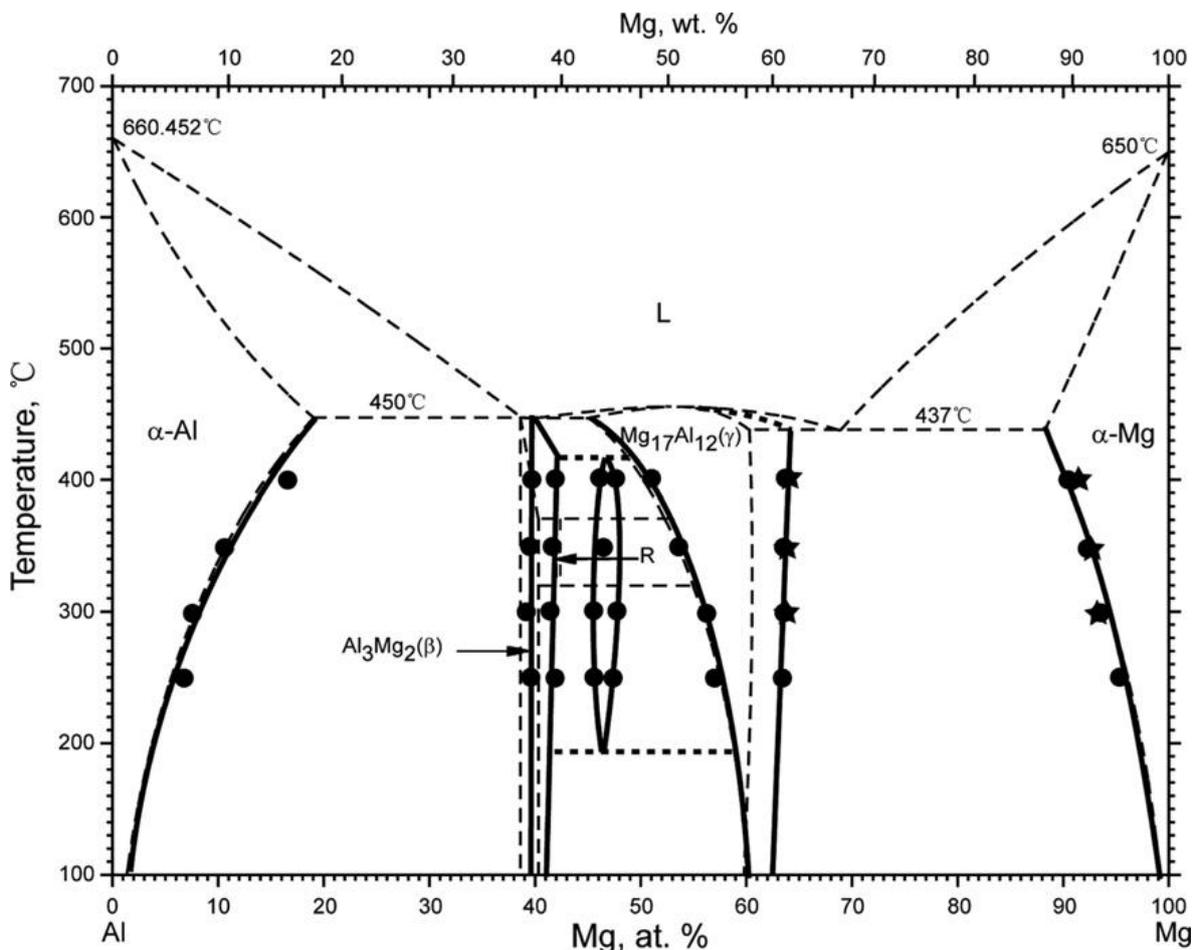


Figure 1.1 : Diagramme binaire d'équilibre Mg-Al [Ren Y - 12, ASM - 92]

La possibilité de formation des phases intermétalliques et les points d'eutectique (à 37 et 67 % poids Mg) à basses températures (450 et 437 °C), avec transformation en rendent intermétalliques Al_3Mg_2 et $\text{Mg}-\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ et la fragilité de joint.

La solubilité maximale du Mg dans l'aluminium est de 17,4% (poids) à 450°C et celle de Al dans le magnésium de 12,4% (poids), mais quand la teneur en magnésium dépasse 5,5% (poids), des phases intermétalliques binaires Al_3Mg_2 , Mg_5Al_3 , $\text{Mg}_5\text{Al}_8(\text{R})$, $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$, voire ternaire, peuvent se former en bordure des grains. Ces précipitations sont indésirables à cause d'une susceptibilité à la corrosion et de la fissuration intergranulaire. [Ign S - 04]

Les caractéristiques thermiques de l'aluminium et du magnésium sont proches et avec des affinités électroniques qui conduisent à la formation de composés intermétalliques. Ces derniers présentent des duretés élevées et des ductilités plus réduites. Ainsi, il est évident que leur impact sur les caractéristiques de la jonction est fonction de leur environnement (composés dilués dans une phase ductile, formation d'une couche uniforme ou dispersion dans la zone fondue, localisés à l'interface, associés avec d'autres précipités, etc.). Il est donc

essentiel, pour assurer la maîtrise de la jonction, d'établir des liens entre les paramètres des procédés et l'influence chimique des éléments d'alliage.

Les macrostructures et microstructures caractéristiques de l'assemblage dissimilaire Al-Mg (figure 1.2) et la distribution des phases (tableau 1.1) pour un processus par fusion (soudo-collage laser) ont été décrites par Liu et autres.

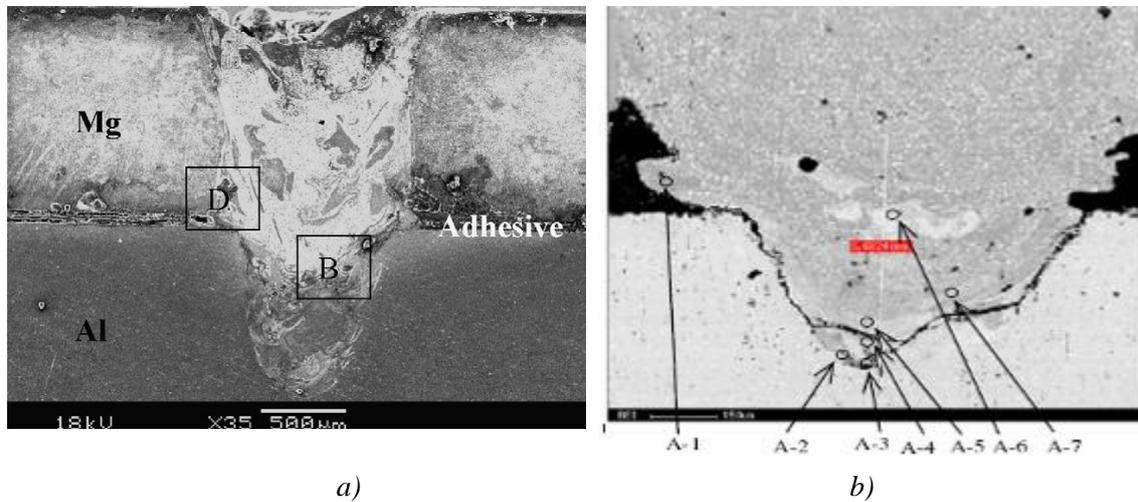


Figure 1.2 : Macrostructure (a [Liu L – 09a]) et microstructure (b [Liu L – 07c]) caractéristiques d'assemblage dissimilaire Al-Mg

Les résultats de l'analyse EDS, en accord avec le diagramme binaire Al-Mg, pour les repères visibles en figure 1.2b sont présentés en tableau 1.1.

Tableau 1.1 : Analyse chimique quantitative pour assemblages laser et LVB [Liu L – 10]

| N° | Elément | Composition chimique (% poids) | Composition d'interface |
|-----|---------|--------------------------------|-----------------------------------|
| A-1 | Mg | 84,206 | Mixture |
| | Al | 15,794 | |
| A-2 | Mg | 63,813 | Al ₁₂ Mg ₁₇ |
| | Al | 36,187 | |
| A-3 | Mg | 39,398 | Al ₃ Mg ₂ |
| | Al | 60,602 | |
| A-4 | Mg | 52,843 | Al ₁₂ Mg ₁₇ |
| | Al | 47,157 | |
| A-5 | Mg | 54,401 | Al ₁₂ Mg ₁₇ |
| | Al | 45,599 | |
| A-6 | Mg | 55,308 | Al ₃ Mg ₂ |
| | Al | 44,692 | |
| A-7 | Mg | 68,869 | Mixture |
| | Al | 31,131 | |

La mixture est formée de composés intermétalliques et de solution solide.

Les composés intermétalliques comme Al₁₂Mg₁₇ et Al₃Mg₂ forment la composition primaire de la zone d'interface avec un potentiel fragile, comme dans les cas de fissuration présentés dans la figure 1.3, pour un processus soudo-collage laser avec adhésif à l'interface.

Dans la figure 1.3a sont présentées des fissurations dans la couche intermétallique. Pour le processus stoppé en état de déséquilibre, la distribution des températures dans les phases intermétalliques de Mg-Al n'était pas homogène. De fait, l'état de tension entre les composés intermétalliques est augmenté. La microfissuration se forme dans la zone fragile des

composés intermétalliques Mg-Al. Les composés intermétalliques (figure 1.3a) se trouvent dans la zone centrale de fusion. A l'essai de traction (solicitation en cisaillement), la force a été dispersée sur toute la zone avec adhésif et dans la zone fondue. La partie principale sollicitée n'a pas été la zone avec les composés intermétalliques dans le centre de zone fondue car, lors de l'essai de traction, l'assemblage a cédé aux extrémités, ce qui renforce le fait que les microfissures dans ces composés intermétalliques (a) ne sont pas la source de microfissuration de l'assemblage. Les fissures présentées dans la figure 1.3c ont le même mode de formation avec celle dans la figure 1.3b, mais avec une distribution et une direction différentes. Les intermétalliques sont fragiles causant la fragilisation et la fissuration de l'interface entre l'hypereutectique Mg-Mg₁₇Al₁₂ et la phase intermétallique Mg-Al. A cause des tensions internes, les microfissures seront formées à l'interface de la phase eutectique Mg-Al avec les composés intermétalliques. Quand les assemblages ont été testés en traction, les microfissurations dans le bord de la zone fondue ont une direction normale en direction des tensions primaires et une grande tendance à la propagation. L'orientation des fissures a un effet important sur la résistance de l'assemblage. La microstructure présente à côté de la microfissuration est constituée de Mg-Mg₁₇Al₁₂ (figure 1.3b). Ainsi les microfissures dans le bord de la zone fondue, qui sont à l'interface entre Mg-Mg₁₇Al₁₂ hypereutectique et la phase intermétallique doivent être la source de fracturation dans l'essai de traction. [Liu L – 09a]

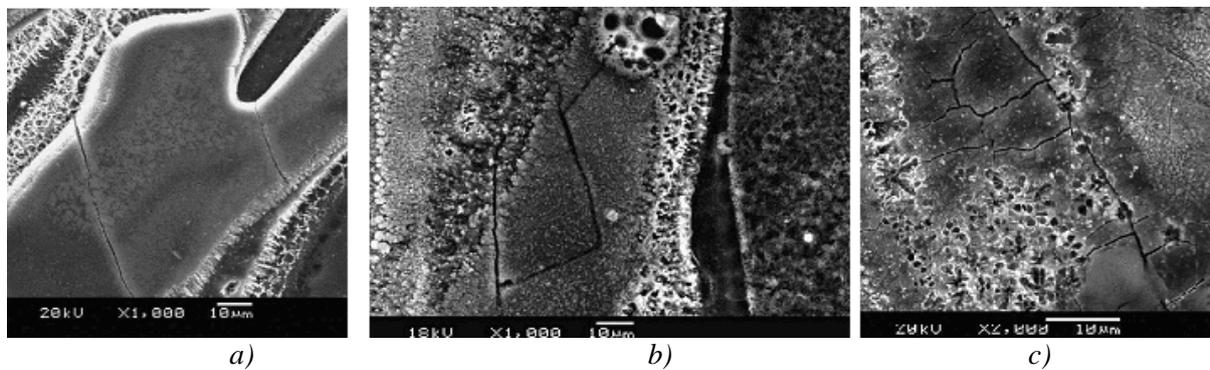


Figure 1.3 : Microstructure SEM dans la zone de fissuration en : a) phase intermétallique ; b) en zone D de figure 1.2 ; c) l'interface entre Mg-Al eutectique et intermétallique [Liu L – 09]

La microstructure change en fonction des différentes zones dans la soudure, du fait de la variation de la teneur en aluminium (Figure 1.4). Les microfissures commencent dans les zones intermétalliques et elles s'étendent en phase hypereutectoïde.

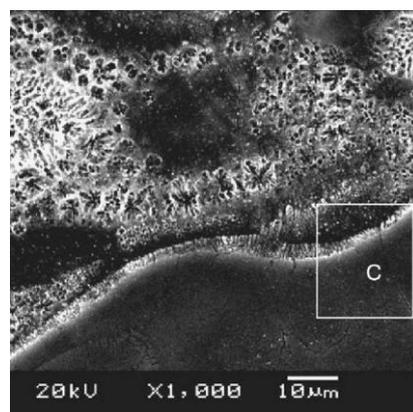


Figure 1.4 : Microstructure SEM de zone B. [Liu L – 09]

Une frontière claire se forme entre le substrat de Mg et la zone de fusion, dans l'interface. Dans cette zone, de nouvelles phases se forment. L'origine de la formation de phases peut être la réaction d'inter-diffusion entre Mg et Al par un collage - diffusion (« diffusion bonding ») à haute température. En accord avec le diagramme Mg-Al et clarifié par l'analyse de rayon X,

les nouvelles phases sont formées dans les composés intermétalliques $Mg_{17}Al_{12}$ et Mg_2Al_3 , quand la température de chauffage est plus élevée de 438 °C.

L'observation de la zone de transition montre des composés intermétalliques de Mg_3Al_2 à proximité du substrat de Mg. Cela veut dire que les atomes d'Al dans le substrat d'Al sont diffusés à la frontière des grains de Mg pendant la fusion, ensuite Mg et Al se sont combinés dans une phase eutectoïde et la phase Mg_3Al_2 . [Liu P – 05]

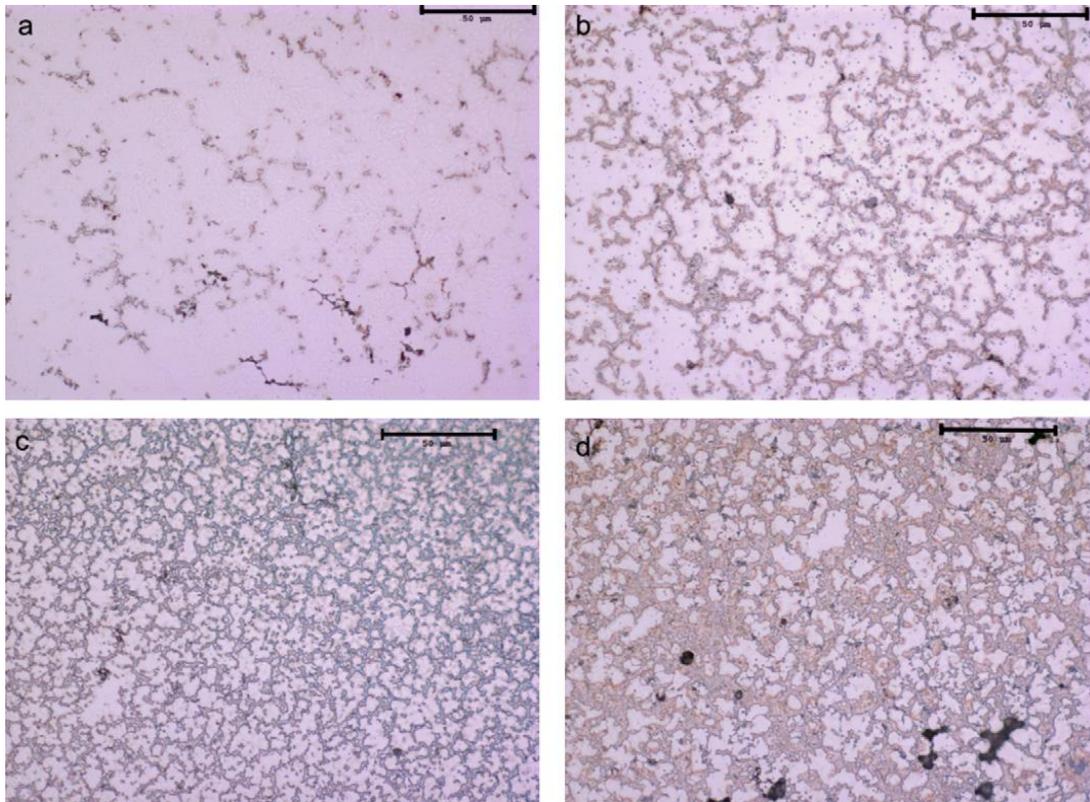


Figure 1.5 : Micrographie de a) Mg–5% Al, (b) Mg–9% Al, (c) Mg–14% Al et (d) Mg–18% Al (% poids) [Dar M – 01]

L'interface de Mg/Al inclut : une région de transition du côté de Mg, la région de diffusion au centre de la zone fondue et la région de transition du côté d'Al. Les composés intermétalliques trouvés dans la zone de fusion sont : Mg_3Al_2 et Mg_2Al_3 . La teneur en intermétalliques Mg_3Al_2 est plus élevée lorsque l'on est proche du substrat de Mg, comparativement au substrat d'Al. La structure cristalline de Mg_3Al_2 est cubique avec des faces centrées (fcc) et elle peut exister aussi dans la couche d'interface, entre le substrat de Mg et la zone de diffusion. [Liu P – 05]

La variation de microstructure dépend de la teneur en aluminium et de la vitesse de solidification. Les micrographies de la figure 1.5 montrent l'effet de la teneur d'Al sur la microstructure, où les fractions d'eutectique et de phase $Mg_{17}Al_{12}$ augmentent avec la teneur d'Al. La microstructure est formée d'une phase de $Mg_{17}Al_{12}$ sur une matrice de $\alpha(Mg)$. [Dar M – 01]

L'eutectique montre une large gamme de morphologies pour les alliages hypereutectoïdes de Mg-Al, dépendant de la composition chimique et de la vitesse de refroidissement. Les alliages d'aluminium qui se rapprochent d'une composition eutectique (33% poids d'Al) montrent une tendance à former une microstructure d'eutectique lamellaire ou fibreuse, comparativement aux alliages avec une teneur d'Al autour de 10% poids, montrant une morphologie eutectique partiellement ou complètement séparée (figure 1.6). Une morphologie complètement séparée est montrée figure 1.6a). Chaque région interdendritique est formée d'une particule de $Mg_{17}Al_{12}$ entourée d'une eutectique α -Mg. Une morphologie partiellement séparée d'eutectique (figure 1.6b) est caractérisée par des îlots d'eutectique α -Mg avec la

phase $Mg_{17}Al_{12}$, mais le α -Mg est encore hors de la particule de $Mg_{17}Al_{12}$. La fraction volumique de α (Mg) est plus faible par rapport à la proportion prédite par le diagramme binaire d'équilibre. [Arn K - 01]

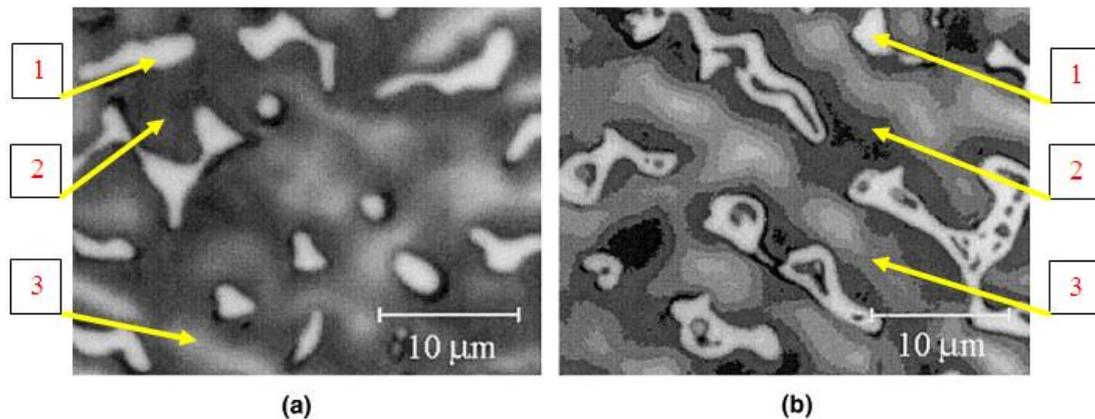


Figure 1.6 : Morphologie d'eutectique de Mg-Al complètement (a) ou partiellement (b) séparé en microstructure [Arn K - 01]

Les zones plus claires (1) représentent la phase $Mg_{17}Al_{12}$ et les zones foncées représentent la solution solide α (Mg). Les zones grises (3) sont formées de dendrites primaires de α (Mg), montrant de la ségrégation dans les zones avec une faible teneur en Al à côté du centre de leurs bras (gris clair - zone b3), jusqu'aux zones avec une teneur importante d'Al, à côté des bords de leurs bras (gris foncé - zone b3).

Une variation systématique de la morphologie d'eutectique a été montrée pour des taux entre 9 et 21% en poids d'Al en figure 1.7a-c et pour des vitesses de solidification et de refroidissement différentes : (d-f) au bord de la zone fondue avec des vitesses de solidification et de refroidissement plus élevées conduisant à une morphologie plus séparée par rapport à (g-i), qui étant plus au centre de la zone fondue, (g,i) montrant une morphologie de microstructure moins séparée. Avec l'augmentation de la teneur en Al, la morphologie de microstructure va passer de : totalement séparée (pour moins de 9 % Al), à partiellement séparée (d, g, 9% Al), à granulaire (e, h, 15% Al), à fibreuse (f, i, 21% Al), à lamellaire (au plus de 21% Al). [Dar M - 01]

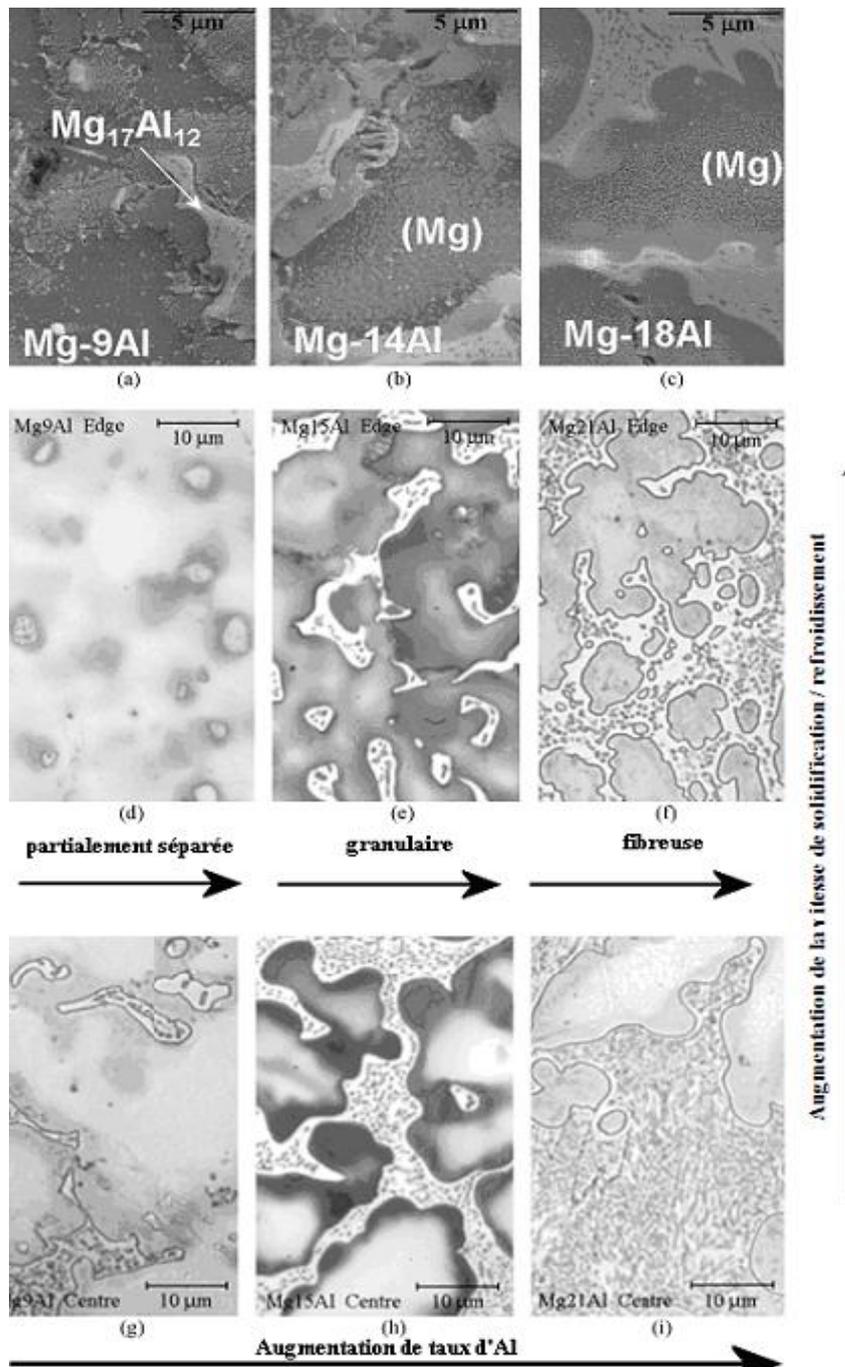


Figure 1.7 : Les microstructures (a-c), les morphologies d'eutectiques et la dépendance par la teneur en aluminium : partialement séparée (d, g, 9%Al), granulaire (e, h, 15%Al), fibreuse (f, i, 21%Al) et lamellaire (au plus de 21%Al). [Dar M – 01]

Un changement marquant de microstructure, dépendant de la vitesse de solidification, a été aussi observé pour des systèmes ternaires Al-Mg-Si. Une structure d'eutectique de Mg_2Si a été formée (dendrites noires – figure 1.8).

Avec l'augmentation de la vitesse de solidification, la microstructure se transforme de équiaxe à dendritique. La dimension des particules de Mg_2Si (appréciée par la dimension des bras secondaires des dendrites) a été réduite par une teneur supplémentaire de Si dans l'alliage et par l'augmentation de la vitesse de solidification (figure 1.8). [Zha J - 00]

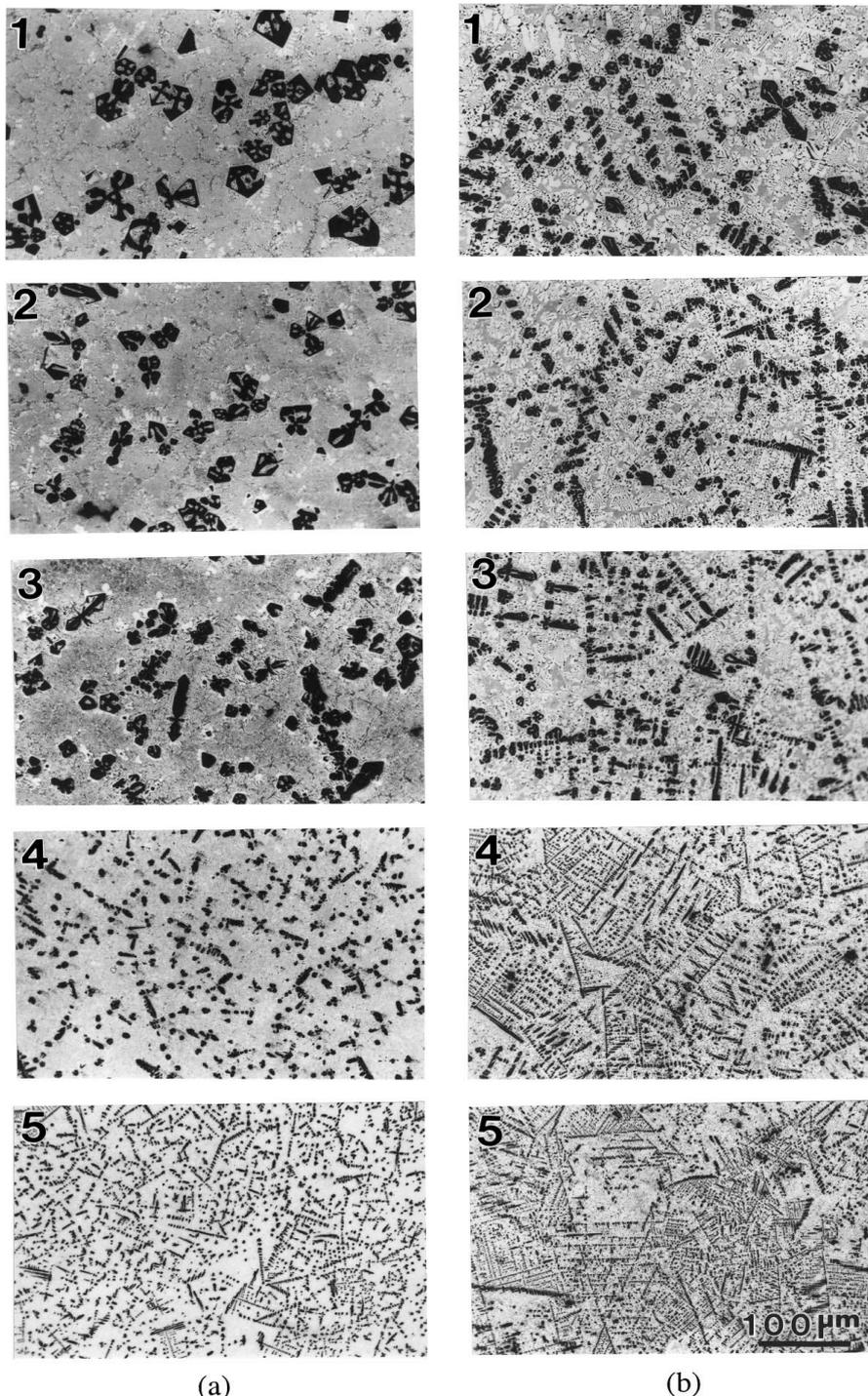


Figure 1.8 : Microstructures des (a) Al-20Mg₂Si et (b) Al-20Mg₂Si-4Si, rapportées à l'augmentation de la vitesse de solidification, du refroidissement lent au rapide (1–5). [Zha J - 00]

L'autre eutectique (phase grise) est extrêmement fin quel que soit la vitesse de solidification et il représente un eutectique d'Al, Mg₂Si et Si entourant la phase d' α (Al). Le pseudo-eutectique d'Al et de Mg₂Si montre un développement avec interdépendance même pour des taux de solidification élevés.

Comme cela a été vu dans la figure 1.8 pour des vitesses de solidification élevées, la dimension des précipités de Mg₂Si est réduite et raffinée avec l'augmentation de la teneur de Si. Dans l'alliage d'Al-20Mg₂Si-4Si, la microstructure caractéristique de Mg₂Si est sous forme de plaques, résultant en une morphologie séparée avec l'augmentation de la vitesse de solidification (figure 1.9a). Pour l'alliage d'Al-20Mg₂Si, l'eutectique, qui a été développé avec les grains de α Al, montrent une microstructure de plaques pour des vitesses basses de

solidification et une microstructure très fine avec une morphologie totalement séparée pour des vitesses de solidification élevées (figure 1.9b). [Zha J - 00]

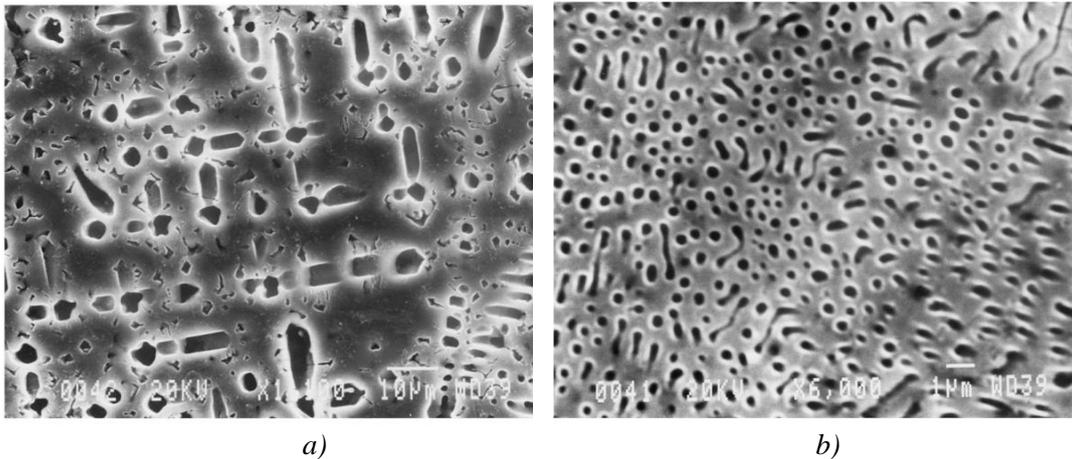


Figure 1.9 : Morphologie d'un pseudo-eutectique de : a) Al-20Mg₂Si-4Si et b) Al-20Mg₂Si [Zha J - 00]

La section verticale du diagramme d'équilibre Al-Mg-Si pour la composition du Al-20Mg₂Si à Si a été calculée (figure 1.10).

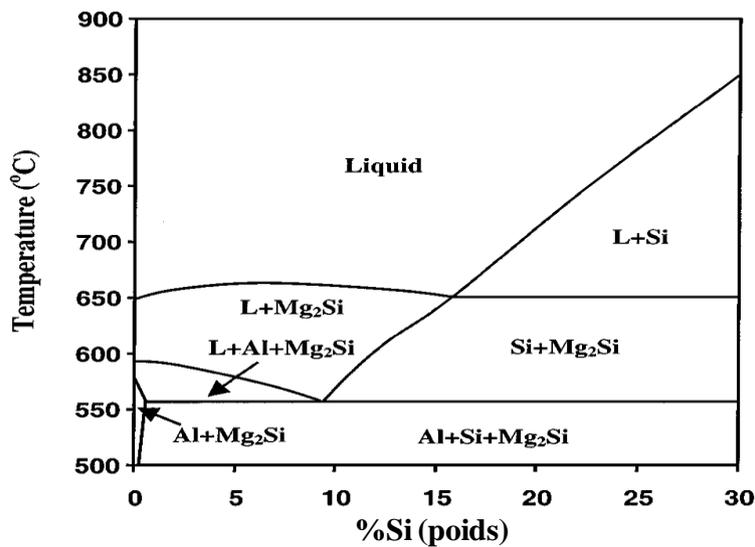


Figure 1.10 : Diagramme calculée pour la composition de l'Al-20Mg₂Si à Si [Zha J - 00]

La microstructure très fine de l'eutectique (phase grise - figures 1.8 et 1.9) d'Al-Mg s'explique par la présence des précipitations avec une dimension réduite comme Mg₁₇Al₁₂, Al₃Mg₂ et des solutions solides. Les particules de Mg₁₇Al₁₂, présentées en figure 1.11 sur une échelle nanométrique, sont situées dans un cristal mis en évidence avec des flèches.

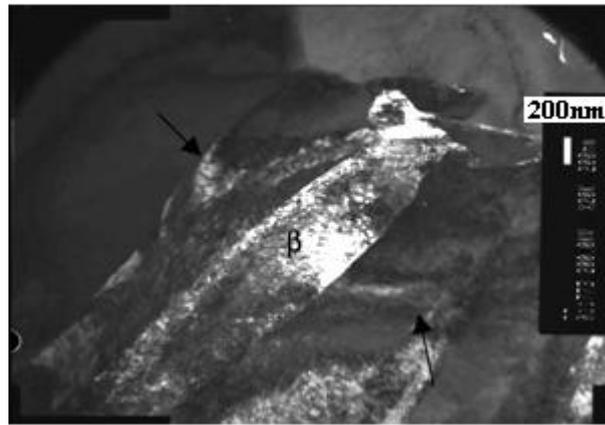


Figure 1.11 : Particules de $Mg_{17}Al_{12}$ situé dans un cristal [Bar S - 04]

Dans les assemblages dissimilaires Al/Mg, de bons résultats d'assemblage par fusion sont obtenus avec des sources d'énergies concentrées, qui impliquent des solidifications rapides. Une solidification accélérée peut donner des structures de non-équilibre, qui vont améliorer la résistance à la corrosion de l'alliage de magnésium. Dans une structure d'équilibre, les éléments d'alliage sont localisés au bord du grain, à cause d'une faible solubilité dans le Mg. Les éléments d'alliage étant plus solubles aux températures élevées, dans une solidification rapide ils peuvent rester captifs dans la matrice de solution solide de Mg et devenir plus efficaces pour la protection à la corrosion. [Kha W - 10]. Aussi, la réactivité chimique va être limitée en solidification rapide. Dans un système qui implique Al- Mg_2Si , la formation de grains d'Al avec une teneur élevée de Si va être obtenue pour une solidification en non-équilibre. [Zha J - 00]

Un problème pour le joint Al-Mg est représenté par la porosité. Une grande différence de tension surfacique ($\gamma_{Al}=914$; $\gamma_{Mg}=559$ mN/m) peut conduire à des phénomènes de cavitation avec développement instantané de pores, qui dans les conditions de solidification rapide peut être bloqués dans l'assemblage. [Cro C - 05]

Pour les joints Al-Mg, la couche d'oxyde formée à la surface des deux matériaux est une difficulté à surmonter. De plus, l'oxyde de magnésium ne peut pas être réduit par l'aluminium fondu [Haj E - 11], ce qui présente un problème dans le cas du brasage ou du soudo-brasage. Par ailleurs, du fait de la différence de coefficients de dilatation linéaire ($CTE_{Mg}= 25,5 \cdot 10^{-6} K^{-1}$; $CTE_{Al}= 24 \cdot 10^{-6} K^{-1}$), les contractions de refroidissement sont plus grandes pour le magnésium, cumulées avec une grande conductibilité thermique qui conduit à un refroidissement rapide en favorisant la fissuration.

1.2.2. Démarche de maîtrise de l'assemblage Al-Mg par une couche tampon à l'interface

Dans la littérature, quelques essais de maîtrise d'interface par l'apport d'un autre élément intermédiaire de transition (Zn, Ce) présentant une amélioration des caractéristiques d'assemblage, mais avec de faibles résultats, sont présentés.

Une possible solution est d'utiliser **une couche de Zn** (30 μ m) pour l'assemblage par le procédé de collage par diffusion ("diffusion-bonding") des alliages de magnésium AZ31 avec l'aluminium Al6061. Cette couche améliore la microstructure avec une réduction de l'épaisseur de la couche des intermétalliques à l'interface à moins de 5 μ m, limite qui n'a pas d'effet pour les caractéristiques mécaniques des assemblages. [Zha L - 08]

La figure 1.12 montre une analyse chimique d'une coupe transversale d'un assemblage avec une couche de Zn à l'interface (diffusion dans les zones 1-3). L'interface est divisée en 3 zones. Le Zn et l'Al se diffusent dans l'intercouche vers le substrat base Mg. La concentration chimique en Al est constante dans les zones 1 et 2, puis augmente rapidement lors du passage de la zone 2 à 3. La concentration de Zn décroît régulièrement de la zone 3 vers la zone 1.

La distribution de Mg est complémentaire à la distribution d'Al en zone 1 et 2 mais dans la zone 3, le Mg est presque inexistant. Pendant le chauffage, la diffusion commence par les éléments de Mg et Zn. A une température proche de 360 °C, l'eutectique liquide apparaît, fait qui conduit à une accélération de la diffusion d'éléments de la base solide vers le liquide et la zone liquide est élargie et continue, conduisant à l'apparition de la zone « 1 » lors du refroidissement. Dans le même temps, les éléments dans le liquide diffusent plus lentement dans le solide que dans le liquide et le temps de contact entre le liquide et le solide est très court.

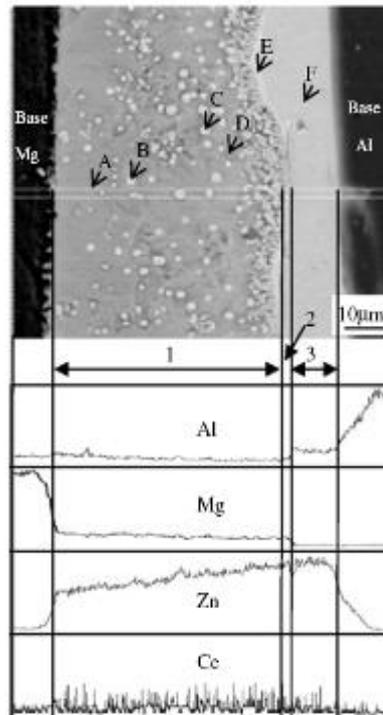


Figure 1.12 : Analyse EPMA d'une région de collage – diffusion avec alliage de Zn à l'interface, à 360°C [Zha L - 08] (EPMA- Electron Probe Micro Analysis / microsonde de Castaing)

Le magnésium peut diffuser seulement sur une courte distance dans l'intercouche d'alliage de Zn et il forme une phase secondaire sous forme d'une couche mince (zone 2). La présence de la zone 2 empêche l'apparition ultérieure de l'interdiffusion de Mg, Al et Zn. Ainsi dans la zone 3, il n'y a pas d'éléments de Mg et les teneurs en Al et Zn sont relativement élevées.

Pour une diffusion directe entre Mg et Al, dès que la phase liquide se forme à l'interface, une grande quantité de Mg diffuse dans le substrat d'Al et forme des intermétalliques. Même avec un contrôle de la vitesse de chauffage pour abaisser l'interdiffusion des éléments, le contact direct Mg-Al ne peut pas éviter une large quantité de composés intermétalliques, résultant en une résistance défavorable de l'assemblage. [Zha L - 08]

L'ajout de Ce à l'interface conduit à une amélioration de la microstructure, formant une structure claire, sans impuretés dans la zone d'interface dissimilaire et à proximité. Dans cet étude, Liu [Liu L – 06] présente le soudage dissimilaire d'alliages AZ31 avec Al6061 par un procédé hybride laser-TIG en insérant une feuille mince à l'interface entre ces deux matériaux.

Dans cet exemple, aucune fissuration n'est remarquée au niveau macroscopique. La quasi-absence de fissuration indique que l'ajout de Ce entre ces deux matériaux, réduit au minimum la formation des fissures. De plus, la majorité des fissures apparues sont perpendiculaires à la direction des tensions et la rupture de l'assemblage se produit dans la zone où la composition chimique se change en une teneur prédominante de Mg en Al dans la direction des contraintes de traction.

Une analyse par diffraction de rayons X a été faite dans les zones où l'hétérogénéité de microstructure dans la zone de fusion a été mise en évidence (figure 1.13).

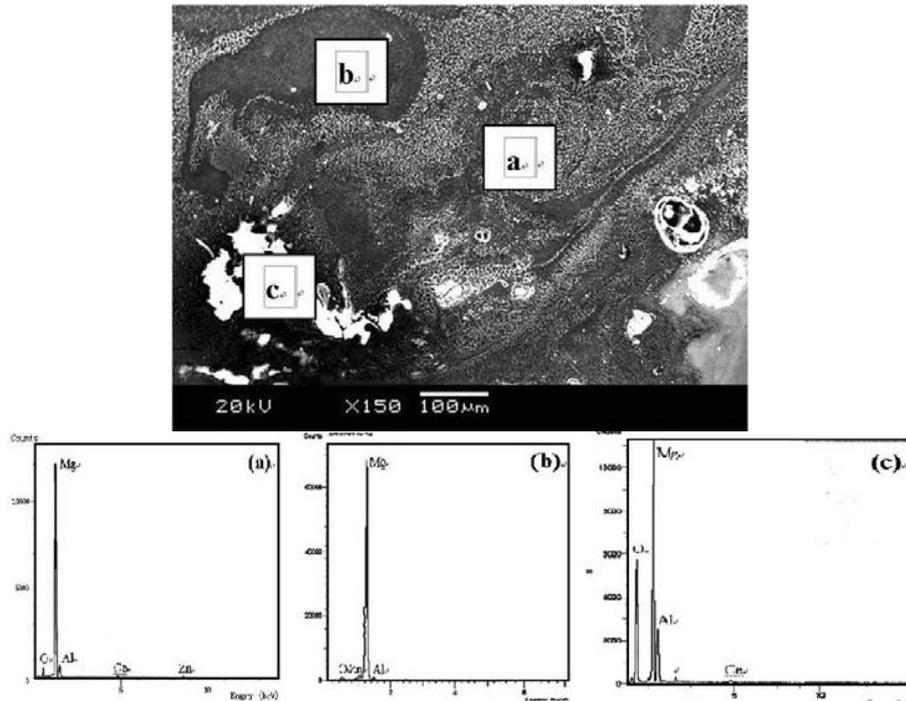


Figure 1.13 : Microstructure au milieu de la zone de fusion avec les zones a, b, c d'analyse par rayons X [Liu L – 06]

La microstructure est de type eutectique après l'ajout de Ce dans l'interface. Des composés d' $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ et solution solide de Mg ont été trouvés.

L'apparition d'une zone large d'oxydation aura lieu avec l'utilisation d'une feuille de Ce à l'interface (facile oxydable). En tout cas, l'oxydation du Ce n'est pas la principale raison de fissuration. La microstructure dans le bas de la zone de fusion, pour un assemblage direct Mg-Al a un aspect spinal, microstructure connue comme étant dangereuse pour la résistance d'assemblage (figure 1.14a). L'aspect spinal va disparaître avec l'ajout de Ce (figure 1.14b).

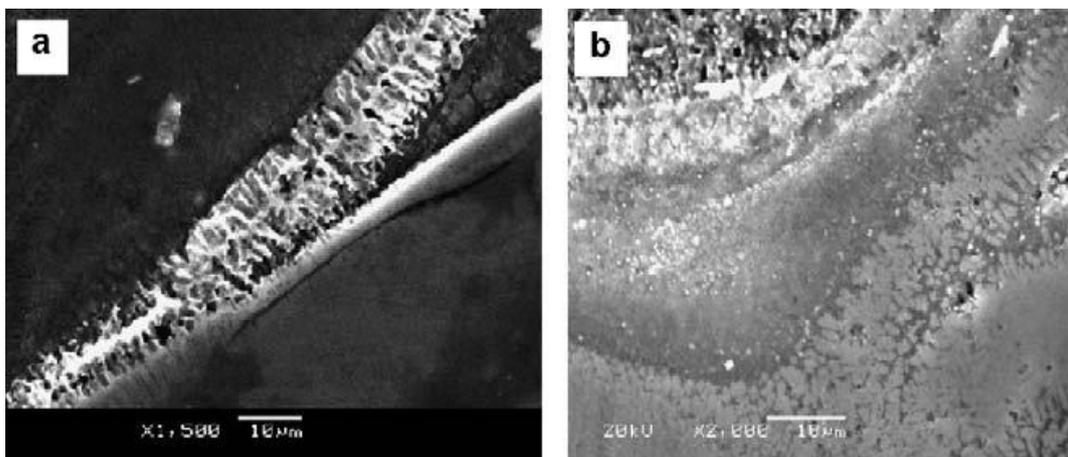


Figure 1.14 : Microstructure de transition entre deux zones en bas de la zone de fusion: (a) Mg–Al assemblage direct; (b) Mg–Al assemblage avec Ce. [Liu L – 06]

Lors d'un soudage sans apport de Ce, la microstructure dans la partie inférieure de la zone de fusion est formée par "tourbillons" avec des points importants «d'impuretés», conduisant à une forte hétérogénéité de microstructure. Après l'ajout de Ce, la microstructure d'interface est divisée en trois couches de transition (figure 1.14b). Elle devient claire (propre), sans impuretés dans la partie inférieure de la zone de fusion. Des spirales larges, de couleur sombre, se changent, aussi, avec l'ajout de Ce, en une phase claire avec une granulation plus fine. De plus, l'interface de ces deux phases (phase noire pointillée avec petits granules et

phase blanche –figure 1.15) se modifie d'une interface irrégulière (brute) en une interface lisse (fine). [Liu L – 06]

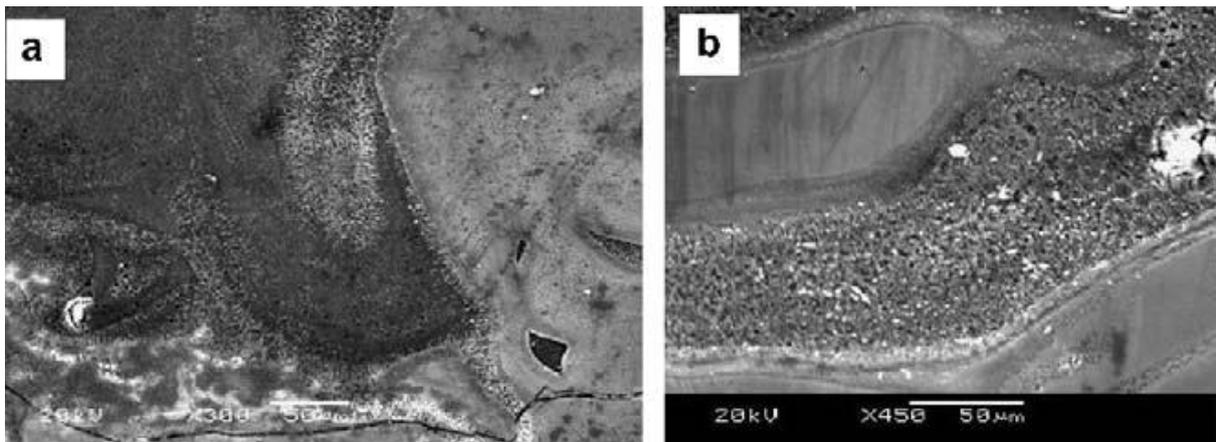


Figure 1.15: Microstructures de zone bas de fusion pour un: (a) assemblage direct Mg–Al; (b) assemblage de Mg–Al avec Ce à l'interface. [Liu L – 06]

Il est possible de distinguer trois zones de duretés dans la jonction. Les substrats ont une dureté de 80HV pour l'alliage d'Al et de 60HV pour l'alliage de Mg, et la zone soudée est à environ 270 HV (figure 1.16). La zone de dureté élevée est associée à des composés intermétalliques produits avec Al et Mg et même avec le Ce. La microstructure en alternance qui présente un vortex complexe et des lamelles, donne une grande variation de dureté dans la zone soudée.

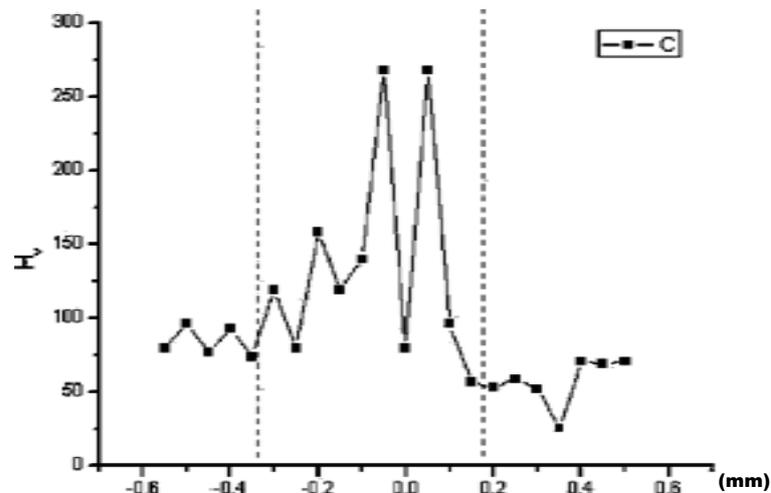


Figure 1.16 : Dureté Vickers: zone de fusion dans la partie négative et le substrat d'Al au positive [Liu L – 06]

Ainsi, l'ajout de Ce n'empêche pas la formation des phases intermétalliques. Le changement de phases intermétalliques avec l'ajout de Ce n'est pas encore clair ainsi que le mode d'amélioration de changement entre phases. [Liu L – 06]

La fractographie de la rupture montre un caractère fragile en soudage sans ajout de Ce (Figure 1.17).

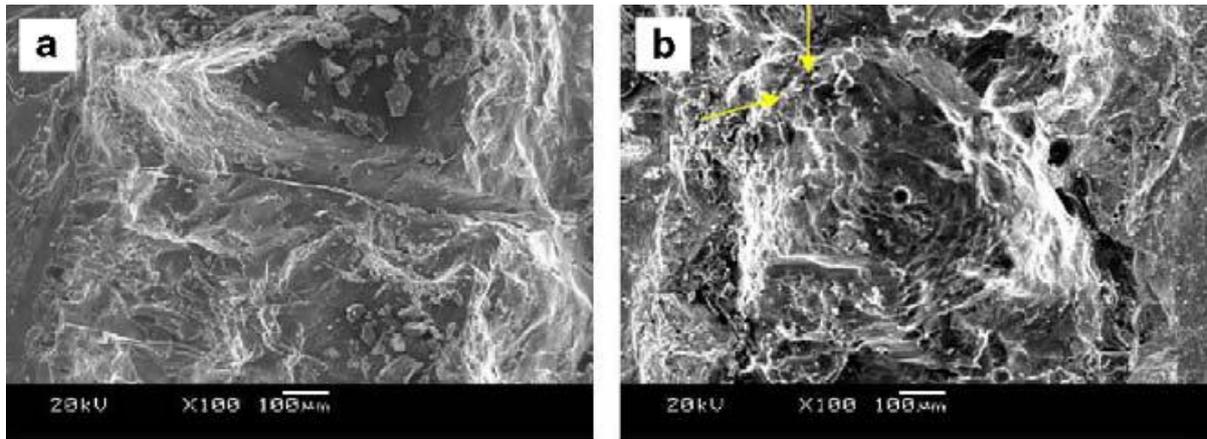


Figure 1.17 : Fractographie d'assemblage : (a) Mg-Al assemblage direct; b) Mg-Al assemblage avec ajout de Ce. [Liu L – 06]

La fissuration de l'assemblage Mg/Al sans ajout de Ce, a été plus évidente comparativement avec l'assemblage avec Ce. Ainsi, l'ajout de Ce améliore l'assemblage dissimilaire Al/Mg, montrant une distribution uniforme dans la zone critique, un affinement de la structure, conduisant à la possibilité d'éviter la fissuration.

Liu M a essayé d'utiliser pour le brasage, l'immersion des substrats d'Al et Mg dans des bains liquides de Zn pur, de Zn-8Al et de Zn-5Al. Les meilleurs résultats obtenus sont avec le bain de Zn-5Al qui donne la microstructure visualisée figure 1.18 [Liu L – 09b].

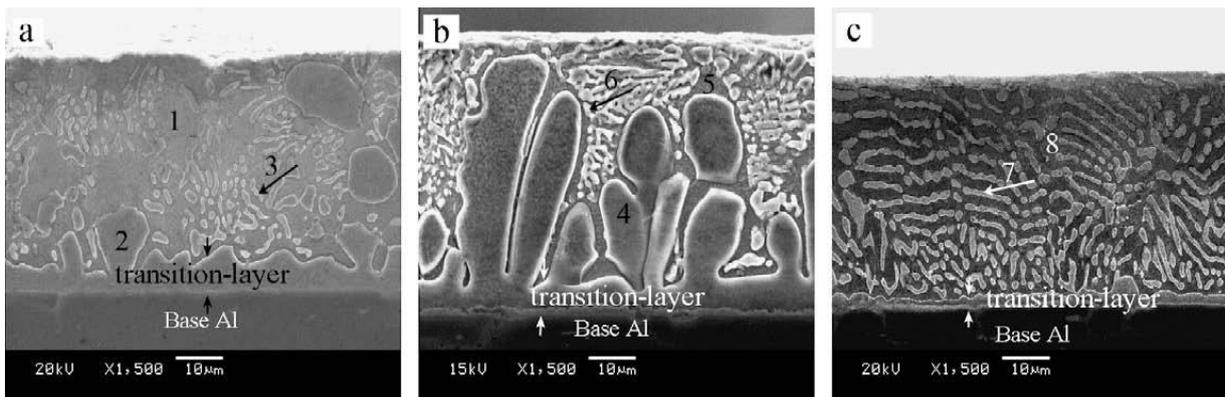


Figure 1.18 : Images de différentes couches préparées en bain de :Zn pure, (b) Zn-8Al et (c) Zn-5Al [Liu L – 09b]

Aussi l'addition d'un additif à l'interface a amélioré les propriétés d'assemblage par soudage laser des alliages d'Al/Mg [Liu L – 10, Liu L – 07b, Liu L – 07c, Liu L – 09a].

La solution d'amener un troisième matériau à l'interface hétérogène Al-Mg par l'intermédiaire d'un fil d'apport a été testée par soudage CMT. Un fil à base de cuivre est utilisé comme couche tampon. La microstructure d'interface est présentée en figure 1.19.

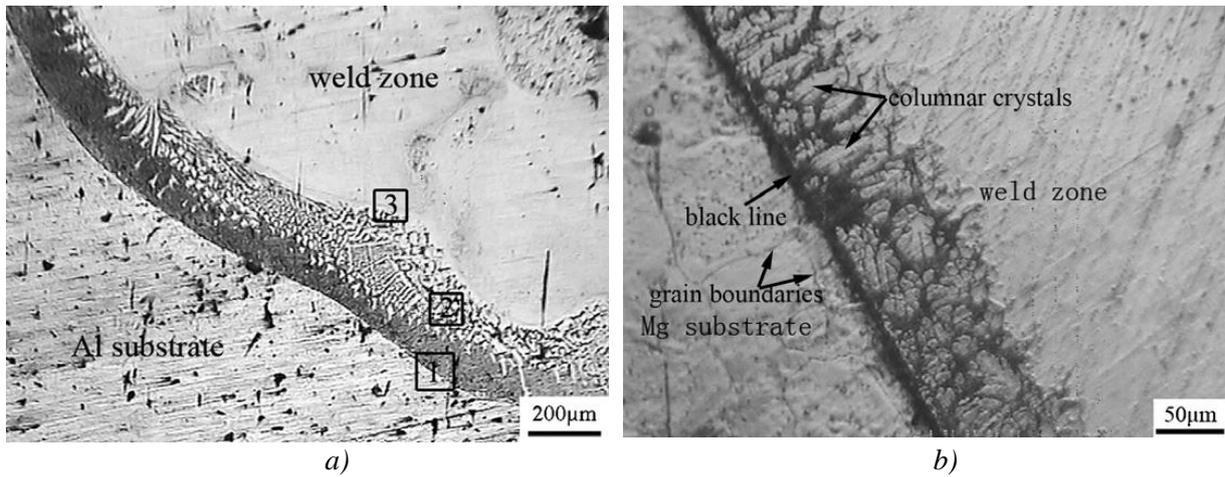


Figure 1.19 : Microstructures de la zone d'interface en soudage CMT : a) avec Al et b) avec Mg [Sha J - 12]

Des composés intermétalliques, respectivement AlCu, CuAl₂, Cu₉Al₄ et Cu₂Mg et des ternaires Al-Cu-Mg, ont été développés sur les deux interfaces. L'évolution des duretés est présentée en figure 1.20. Les zones de dureté élevée sont associées à des composés intermétalliques, qui conduisent inévitablement à des fragilisations et concentrations de tension, qui vont réduire la résistance de l'assemblage.

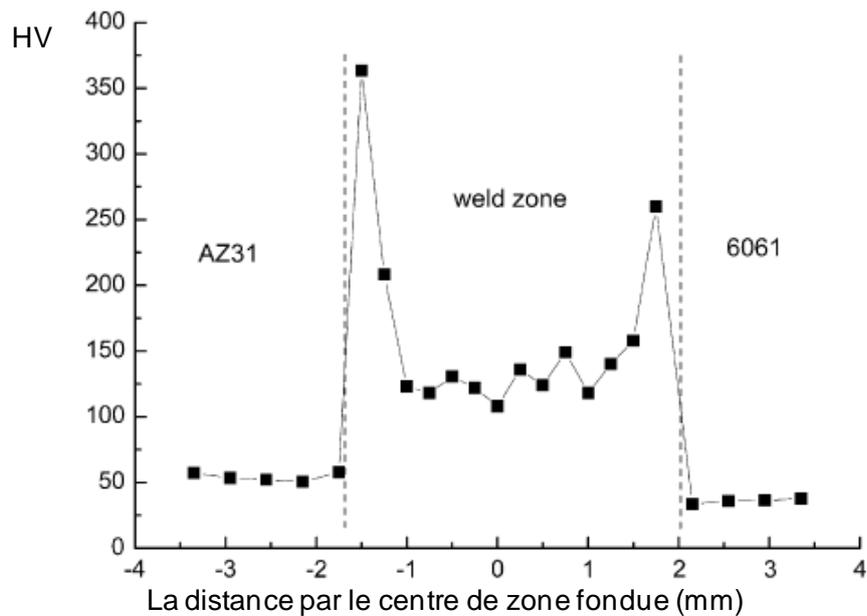


Figure 1.20 : Dureté d'un assemblage par CMT en section transversale. [Sha J - 12]

Une fissuration fragile a lieu dans la zone de fusion avec le magnésium, là où la dureté est plus élevée. L'aspect fragile de fracture est présenté en figure 1.21.

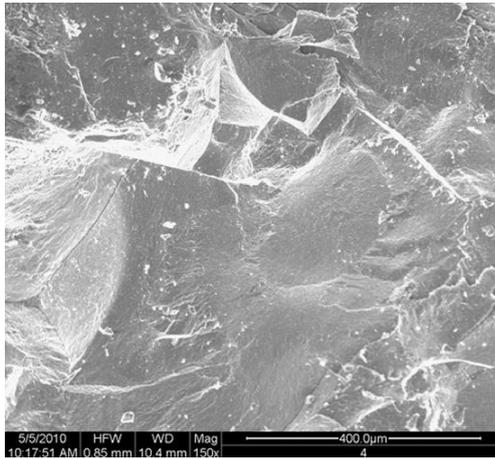


Figure 1.21 : Image SEM de morphologie de la fracture

1.2.3. Influence des éléments d'alliage

Les figures 1.22 et 1.23 montrent l'influence des éléments chimiques sur la sensibilité à la fissuration et la soudabilité des alliages d'Al. Ces alliages manifestent un maximum de sensibilité, avec une grande résistance à la fissuration à chaud pour des pourcentages d'éléments d'alliages faibles et élevés, comme le montre la figure 1.22. A un faible pourcentage d'éléments d'alliage, il y a un niveau réduit d'eutectiques, qui se traduit par un film liquide très fin ou discontinu à la limite des grains. Si la dimension du film liquide augmente, la force de rupture diminue. La force de rupture du film commence à diminuer proportionnellement à l'augmentation des eutectiques, grâce au mouillage d'eutectique et du remplissage de rupture. C'est très utile pour le soudage des alliages d'aluminium qui sont susceptibles de fissurer à chaud. [Mat G - 02]

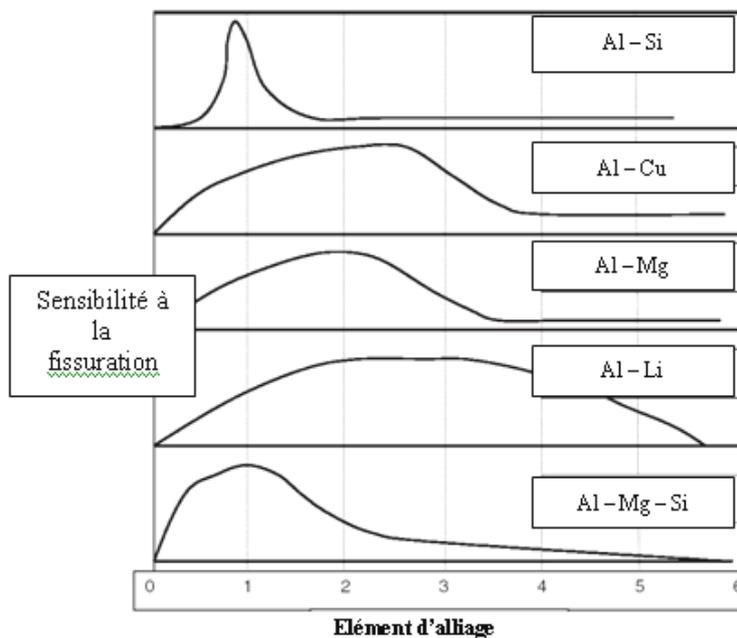


Figure 1.22 : Influence des micro-éléments d'alliage dans l'aluminium. [Mat G - 02]

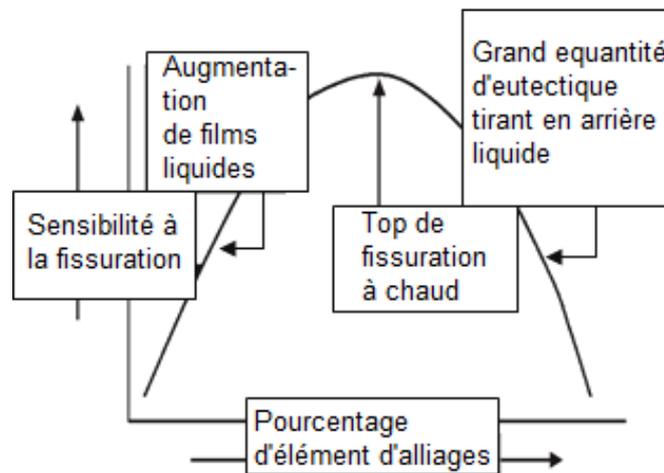


Figure 1.23 : Sensibilité à la fissuration [Mat G - 02]

Les alliages d'aluminium et magnésium présentent de nombreux éléments d'alliages dans leur composition. Les éléments chimiques présents dans les alliages sont des éléments ajoutés ou des éléments qui sont restés comme impuretés. La principale raison de l'ajout d'élément d'alliage est la faiblesse des propriétés mécaniques de ces alliages.

Les alliages d'aluminium peuvent être sujets à de la fissuration à chaud lors de la solidification (liquation) et peuvent souffrir des durcissements et des fissurations aux températures inférieures au point de solidus. Les assemblages soudés, avec une structure colonnaire grossière, sont plus sensibles à la fissuration de solidification que ceux avec une structure granulaire équiaxe fine. Des éléments comme le titane et le zirconium participent à la diminution des fissurations de solidification des alliages d'Al. Pour éviter les fissurations de solidification au soudage de l'aluminium, la littérature mentionne différentes techniques comme :

- un raffinage granulaire avec l'utilisation de fil d'Al-Zn-Mg enrichi avec une petite quantité de Zr;
- un raffinage granulaire obtenu avec une vibration de l'arc pendant le soudage. Kou et Le ont étudié l'effet de l'oscillation magnétique d'arc sur la structure granulaire. [Cao G - 06]

Le silicium est ajouté pour contrôler la teneur en Fe. [Hor E - 06] Le Silicium abaisse la température de fusion et améliore le mouillage. Pour exemple, l'ajout de Si pour le soudage d'alliages d'Al dans la série 6000 va conduire à une croissance suffisante de la fraction liquide en zone critique. On suppose qu'une quantité plus grande de fraction liquide va conduire à une couche intergranulaire liquide plus étendue et à une meilleure résistance de la microstructure aux fissurations de refroidissement. [Plo V - 08]

Le concept d'amélioration de soudabilité pour les alliages d'aluminium est défini par le rapport au taux de tension critiques de N. Coniglio et C.E. Cross. En effet, ils montrent que pour le soudage d'alliage Al6060, il y a besoin d'une quantité plus importante de fil Al4043 (AlSi5). [Con N - 08]

Le Cérium, en quantités importantes, a un effet significatif sur la formation des phases en soudage d'alliages Al-Ce. Zhonghua Zhang et al montrent l'effet du Ce pour le soudage d'alliages d'aluminium. Pour les alliages Al-8Ce et Al-20Ce, des changements de structure sans changement de phase sont observés alors que pour Al-36,6 Ce, des changements importants dans la microstructure et dans la formation des phases sont observés. [Lu L - 05]

Pour les alliages base magnésium (Mg-Al, Mg-Al-Zn et Mg-Al-Si), les principaux éléments d'alliages sont : Al, Mn, Be, Si. En dehors de l'aluminium, il existe également d'autres éléments qui présentent une bonne solubilité et notamment des propriétés spécifiques plus importantes. Les plus significatifs sont : Zn, Ag, Th, ainsi qu'une large gamme de terres rares (TR). Ceci va conduire au développement d'une nouvelle gamme d'alliages de

magnésium : Mg-Zn-Zr, Mg-Zn-TR-Zr, Mg-Ar-TR-Zr, Mg-Y-TR-Zr, Mg-Th-Zr et Mg-Zn-Th-Zr. Ces alliages ont beaucoup été utilisés dans le domaine de l'aérospatial, présentant des contraintes de hautes températures. [Hor E - 06]

L'aluminium est utilisé comme élément d'alliage dans la majorité des alliages commerciaux de magnésium, grâce à sa grande solubilité relative (13% à la température eutectique), l'effet de durcissement en solution solide et une flexibilité de propriétés au traitement thermique. L'Al n'est pas utilisé, comme élément d'alliage, en combinaison avec Zr. L'aluminium, comme élément d'alliage, a une influence significative sur la fissuration à chaud. Les alliages avec 1 - 2% d'Al sont les plus sensibles aux problèmes de fissuration à chaud tandis que ceux avec 8% d'Al sont les plus résistants. [Cao G - 06]

Le manganèse est ajouté pour améliorer la résistance à la corrosion. Dans l'alliages Mg-Al, le Mn va réagir avec les impuretés de fer et va former des composés intermétalliques Fe-Mn-Al ($Al_5(Mn,Fe)_2$). La quantité de fer soluble dans l'alliage est ainsi réduite. Il faut savoir que l'Al réduit la solubilité des composés de Mn dans Mg. [Hor E - 06] L'ajout de manganèse ne montre pas de raffinage de la microstructure sur l'alliage de fonderie Mg-10Gd (gadolinium), mais il peut aider au raffinage de la microstructure en extrusion grâce aux précipités de α -Mn qui suppriment la recristallisation et la croissance granulaire. [Kou S - 03] Le raffinage granulaire peut être obtenu avec succès par l'ajout de **Mn+Sc**. Ils raffinent les grains d'alliage de Mg-Gd par l'effet de restriction de croissance, lors de la solidification, grâce à la précipitation d'un grand nombre de particules de Mn_2Sc . [Fan X - 09]

Les terres rares (TR) comme Ce, Nd, Pr et La, sont ajoutées dans les alliages de magnésium qui contiennent de l'Al pour améliorer la limite au fluage. Les terres rares peuvent conduire à une oxydation excessive du bain fondu et il faut prêter attention aux protections pour éviter l'inclusion d'oxydes. [Hor E - 06]

Lors de l'ajout de quelques éléments principaux d'alliage (Ce, Y, Sc), leurs relations lorsque la phase apparaît, est très importante et complexe. Le Ce, Y et Sc sont des TR qui forment des composés intermétalliques très stables avec l'Al dans les alliages de Mg. C'est la raison pour laquelle les composés Al-TR (terres rares) se produisent facilement dans les alliages de magnésium. Youn-Bae Kang *et al* présentent des évaluations critiques sur la phase qui apparaît et sur les diagrammes thermodynamiques de Al-Ce, Al-Y, Al-Sc, et Mg-Sc. [You K - 08]

Les terres rares peuvent former des composés intermétalliques ($CeAl_4$) avec Al et changent la viscosité du bain fondu.

En soudage, Zheng Weichao a étudié l'effet des terres rares entre 0,1 et 1,2% sur la fissuration à chaud des alliages Mg-Al. La fissuration à chaud s'est développée dans la longueur des joints de grains. Avec une augmentation de la proportion de terres rares, la fissuration à chaud va être augmentée et la séparation inter-dendritique va être plus prononcée. [Zhe W - 06]

Le zinc, le calcium : Ils augmentent les risques de fissuration à la solidification. Le Zn en dessous de 2% n'est pas néfaste, mais les alliages contenant plus de Zn, et spécialement les alliages de magnésium à 4-6% Zn ont une faible soudabilité (RZ5).

Le calcium est ajouté pour améliorer la résistance au fluage dans une concentration de 0,01 à 3 %. [Hor E - 06] L'effet de l'ajout de Ca sur l'alliage de Mg-5Zn-5Sn est montré par Yang Mingbo. Une amélioration des propriétés de fluage et un raffinage granulaire ont été obtenus avec l'ajout de 1% poids de Ca dans l'alliage. Un ajout de 1% en poids de Ca conduit aussi à l'apparition d'une nouvelle phase de $CaMgSn$ avec une grande stabilité thermique dans l'alliage [Yan M - 09]

Le zirconium confère un très bon effet de raffinage granulaire, ce qui permet d'améliorer les propriétés spécifiques de fonderie et l'utilisation à de hautes températures (250°C) pour l'alliage de Mg. Le zirconium est efficace en raffinage granulaire seulement en solution de Mg fondu. Quelques précipitations de Zr avec des éléments contaminants sont inévitables. Le

Zr peut être présent en bain fondu sous les formes solubles et insolubles. [Hor E - 06] Il donne de bons résultats pour le raffinage granulaire, l'amélioration de la résistance mécanique et la précipitation plus fine lors du soudage d'alliage de magnésium (Mg-Zn-Ca-Zr ; alliages ZX). [Hom T - 10] L'addition de Zr a un effet significatif sur le raffinage granulaire avec l'alliage Mg-10Gd par génération de nucléations. [Fan X - 09 ; Kou S - 03]

Le zirconium augmente la ductilité des alliages d'Al de fonderie et l'allongement. Par ailleurs, le zirconium inhibe la recristallisation. L'effet de la limitation de la recristallisation est plus important dans les alliages avec du Sc et du Zr associés. Un ajout de 0,1-0,2%w de Zr avec du Sc peut raffiner la structure granulaire des alliages d'Al-Mg et changer la morphologie de la microstructure, d'une structure dendritique en une structure raffinée avec des cristaux équiaxe fins. [Dan J - 09]

Le fer en tant qu'impureté affecte le comportement de la porosité et de la fissuration en fonderie d'aluminium, mais son effet en soudage d'Al n'a pas été exploré de façon exhaustive. [Lu L - 05 ; Con N - 08]

Pendant la solidification, les phases intermétalliques peuvent bloquer les canaux interdendritiques, ce qui conduit à un mauvais mouillage de la contraction lors de la solidification, au niveau inter-dendritique et aussi, à la formation de porosités.

Les impuretés dans les alliages d'aluminium sont un sujet faiblement étudié.

L'oxygène et l'hydrogène peuvent avoir une influence significative sur la soudabilité de l'aluminium. Le film d'oxyde pourrait servir de lieu d'initialisation des fissures et l'hydrogène peut servir à réduire cet oxyde. L'hydrogène, résultant de la formation de pores, peut alimenter la contraction. L'hydrogène dissout peut aussi favoriser l'initialisation de la fissuration par cavitation. [Lu L - 05 ; Lan J - 99]

En conclusion, l'addition ou la présence comme impureté, de petites quantités d'éléments d'alliages ont une influence significative sur le comportement et la structure des matériaux. Ils influencent beaucoup le mode de cristallisation et la formation de phases. En soudage, le comportement est différent par rapport à la métallurgie et spécialement sur les assemblages dissimilaires. Les éléments non désirés en métallurgie pour obtenir des alliages, peuvent être utilisés dans le cas d'assemblages hétérogènes pour limiter la réactivité d'un substrat avec un élément grâce à l'élément supplémentaire introduit. Par exemple, nous supposons une meilleure compatibilité des substrats de Mg-Zn-Zr-Tr (Rz5) en assemblage hétérogène avec le substrat d'Al par rapport à l'alliage de magnésium sans Zr (AZ31), grâce à la réactivité du Zr avec les deux substrats. Cela va conduire à limiter la formation des intermétalliques Al-Mg et à augmenter la ductilité de l'aluminium sans risque de recristallisation, grâce à la stabilité des composés de Zr. Nous avons vu également que la proportion d'éléments d'alliage est aussi importante. Enfin, nous avons vu que le magnésium montre une forte réactivité sur tous les éléments d'alliages. Une solution pour maîtriser les assemblages hétérogènes est la maîtrise de l'ordre de réactivité associée à d'autres éléments de contrôle, ce qui permet la maîtrise dans le même temps de la composition et des facteurs de refroidissement.

1.3. Technique d'assemblage

Il s'agit ici d'une description des procédés d'assemblage avec la mention des résultats représentatifs pour l'assemblage dissimilaire Al-Mg et par les processus concernés dans cette étude (CMT et laser).

La bibliographie présente une multitude d'essais pour maîtriser ce type d'assemblage hétérogène, en utilisant différents procédés de soudage : soudage par diffusion [Zha L-08 ; Liu P - 06], brasage [Liu L - 07a], par explosion, par décharge magnétique [Art B - 10], par laser [Bor R - 05; Liu L - 10], par laser hybride [Liu L - 06], par TIG [Liu P - 07], par CMT (Cold Metal Transfer) [Wan J - 08], par friction malaxage [Kos A - 09 ; Kwo Y - 08], par résistance [Hay F - 11], avec, cependant, des résultats obtenus seulement pour une faible gamme d'associations d'alliages et sans une bonne compréhension de la phénoménologie.

Donc, les procédés d'assemblage dissimilaire Al-Mg utilisés usuels sont :

- des procédés par fusion, avec un apport d'énergie concentré, comme le soudage laser, le TIG, le CMT et les procédés hybrides ;
- des procédés par diffusion et brasage ;
- des procédés de soudage à froid, par malaxage (FSW).

Il est presque impossible d'éviter la formation de structures intermétalliques fragiles dans le soudage Al – Mg. D'après les expériences rapportées en littérature pour réussir l'assemblage, les procédés de soudo-brasage ou soudage hybride qui limitent le chauffage et la recristallisation, sont utilisés fréquemment. Ainsi, des bons résultats sont observés par soudage à froid (FSW ou soudage par ultrasons). [Deh D - 08] Les résultats sont aussi limités à quelques couples de matériaux dissimilaires. Quelle que soit la méthode proposée, une solution de maîtrise universelle envisageable n'a pas été trouvée pour les assemblages hétérogènes d'alliages d'aluminium et magnésium.

Des exemples d'assemblage de couples Al-Mg par procédé à froid et par fusion (Laser, TIG, CMT, hybride) sont regroupés dans les tableaux 1.2 et 1.3.

Tableau 1.2 : Soudages hétérogènes Al – Mg connus et possibles par FSW

| Mg \ Al | AZ31 | AZ31B | AZ91D | AZ31B-O |
|------------|------|-------|-------|---------|
| Al 1050 | X | | | |
| Al 1060 | X | | | |
| A 5052 P-0 | | X | | x |
| Al 5083 | X | X | | |
| Al 5754 | | X | | |
| AA 6040 | X | | | |
| Al 6061 | | X | X | |
| Al 6084 | | X | | |
| Al 7xxx | X | | | |

Tableau 1.3 : L'assemblage hétérogène Al–Mg avec des procédés par fusion

| Procédé de soudage | Mg \ Al | Mg 99,7 | AZ 31 | Mg1 |
|--------------------|---------------------------|----------------|-------|-----|
| | Laser et laser+LWB | Al 99,7 | x | |
| Al 6061 | | | x | |
| Al5052 | | | x | |
| Laser-TIG | Al 6061 | | x | |
| | Al 6061 | | x | |
| CMT | Al 1030 | | x | |
| | Al1060 | | | x |

**LWB – soudo-collage laser ; CMT - Cold Metal Transfer*

La plupart des alliages de magnésium sont des alliages d'usage général, comme l'AZ31, en couple avec l'aluminium et des alliages d'aluminium-magnésium et d'aluminium-silicium-magnésium.

Les technologies de soudage laser et Cold Metal Transfer (CMT) sont celles mises en œuvre dans cette étude. En effet, les apports énergétiques sont très différents et impacteront les températures atteintes en cours de traitement avec pour conséquence des dilutions ou des mélanges de matériaux variables.

1.3.1. Le soudage par procédé CMT

Le GMAW (GAS-METAL ARC WELDING) est un procédé de soudage par arc électrique formé entre une électrode fusible (fil d'apport) et la pièce pour soudage. Un gaz de protection de l'arc et du bain fondu est nécessaire. Le GMAW est le plus important procédé de soudage dans la fabrication.

Le CMT est un dérivé des procédés de soudage par arc GMAW conventionnel. CMT est l'abréviation pour "Cold Metal Transfer", qui a un apport de chaleur réduit comparativement avec les procédés par arc (dip arc process) grâce à une méthode complètement nouvelle de détachement des gouttelettes du fil d'apport.

Dans le procédé conventionnel MIG, le fil avance jusqu'à ce qu'un court-circuit apparaisse. A ce moment, le courant de soudage augmente et ce fort courant est responsable de l'ouverture du court-circuit et du réamorçage de l'arc. Le procédé MIG a deux caractéristiques principales : d'une part le haut court-circuit correspond à un apport de chaleur important et d'autre part, le court-circuit s'amorce de façon incontrôlée ce qui donne des éclaboussures. Dans le soudage CMT, le fil n'est pas seulement poussé vers la pièce, mais aussi reculé dès le court-circuit. Le processus d'« avance – recul » de fil, pendant le soudage est contrôlé automatiquement. Le CMT standard est caractérisé par un faible courant de court-circuit et donc l'apport de chaleur est très bas et le rapport hauteur/largeur du cordon de soudure est élevé. Donc l'apport de chaleur, la pénétration et la géométrie de cordon peuvent être variées dans le CMT standard jusqu'à un arc pulse «hot» (CMT-P) [Him K – 05, Ege S - 07]. Le mode de travail CMT-P représente une combinaison des procédés CMT et MIG pulsé obtenue par une gestion électronique de générateur, le but étant d'améliorer le mouillage en limitant la pénétration.

Le CMT est un procédé de soudage MIG qui permet le contrôle de transfert des matériaux avec un apport thermique faible : ~30% moins que les procédés conventionnel.

Donc le soudage CMT confère :

- un apport thermique réduit pour les tôles fines ;
- une facilité de brasage ;
- la possibilité de réaliser des assemblages dissimilaires (aluminium/acier, magnésium/acier, aluminium/magnésium). [Goe S – 05]

Le diagramme de la figure 1.24 montre clairement la puissance et donc l'apport de chaleur du procédé CMT.

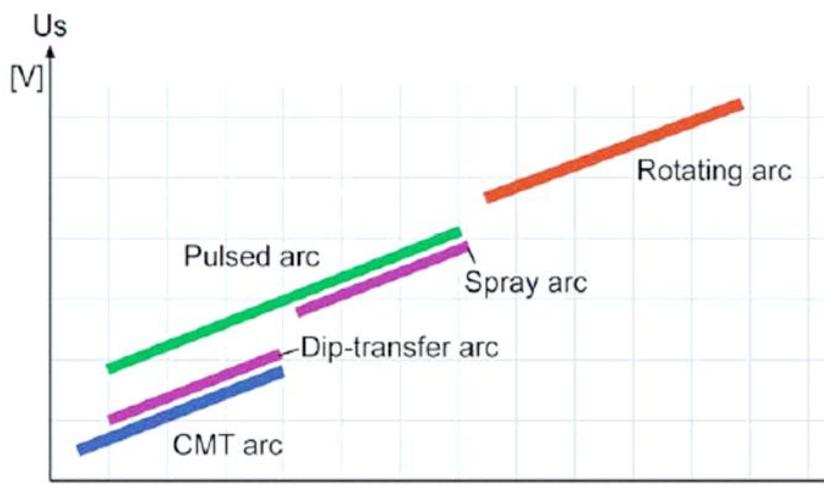


Figure 1.24 : Diagramme voltage versus courant pour CMT et les procédés MIG conventionnels. [Him K - 05]

Quelques travaux ont rapportés des résultats notables sur l'assemblage dissimilaire Al / Mg. Les alliages de magnésium AZ31 et aluminium Al1060 ont été assemblés sans défaut évident par le procédé CMT, en utilisant un fil d'apport AlSi5. L'apport réduit de chaleur et l'addition de Si ont inhibé la formation et la croissance des composés intermétalliques fragiles, ce qui

améliore la résistance du joint. Une microstructure avec plusieurs couches, qui comprenait des solutions solides, des structures eutectiques, des composés $Mg_{17}Al_{12}$ et Mg_2Al_3 , a été observée dans la zone de fusion, adjacente au substrat de Mg. La morphologie de la rupture présente une fracture fragile typique. [Wan J - 08]

Un autre exemple : les alliages AZ31B Mg et Al6061 ont été assemblés avec le procédé de soudage CMT avec un fil d'apport de cuivre pur. Différents intermétalliques Al-Cu sont présents dans la partie d'Al ($AlCu$, $CuAl_2$, Cu_9Al_4) et une solution solide de Cu en soudure, pendant qu'une structure eutectique ternaire Al-Cu-Mg et des composés Cu_2Mg , ont été formés dans la partie de substrat de Mg. La microdureté a augmenté drastiquement dans les deux parties de la zone de soudure (362 HV coté interface ZF-Mg et 260 HV côté interface ZF-Al). Le joint montre une fracture fragile dans la zone des composés intermétalliques du côté du substrat de magnésium, ou beaucoup des précipitations de Cu_2Mg ont été uniforme distribuées. [Sha J - 12]

1.3.2. Le soudage par faisceau laser

Le soudage laser permet d'obtenir un faisceau petit et concentré, conduisant à une grande densité d'énergie. Le faisceau laser est caractérisé par des puissances surfaciques nettement supérieures (10^5 - 10^7 $W.cm^{-2}$) à celles d'autres procédés (5×10^2 - 10^4 $W.cm^{-2}$ pour le soudage à l'arc et 10^3 - 10^6 $W.cm^{-2}$ pour le soudage par procédé plasma). La capacité du laser à générer une telle densité de puissance est un facteur primordial pour établir le potentiel de soudage (tableau 1.4). De nombreuses expériences montrent que le laser permet de la précision et il n'est rivalisé que par le soudage par faisceaux d'électrons. [WBS - 93]

Tableau 1.4 : Energie et efficacité du soudage laser par rapport aux autres procédés de soudage [WBS - 93]

| Procédé de soudage | | Intensité de la source énergétique (W/cm^2) | Efficacité de soudage (mm^2/kJ) |
|-----------------------|----------------------------------|---|-------------------------------------|
| Oxyacétylène (OAW) | | 10^2 - 10^3 | 0,2-0,5 |
| Arc | Soudage gaz tungstène arc (GTAW) | 5×10^2 - 10^4 | 0,8-25 |
| | Soudage métal arc (GMAW) | | 2-3 |
| | Soudage submergée (SAW) | | 4-10 |
| Plasma arc (PAW) | | 10^3 - 10^6 | 5-10 |
| Laser | | 10^5 - 10^7 | 15-25 |
| Faisceaux d'électrons | | 10^5 - 10^8 | 20-30 |

Le soudage laser produit une zone affectée thermiquement (ZAT) très mince et les distorsions, les pertes de résistance mécanique et le durcissement excessif par précipitation sont minimisés en ZAT. Les pertes des éléments avec un bas point de vaporisation (Mg) sont aussi limitées. En soudo-brasage laser, les contraintes thermiques peuvent être aussi diminuées. La formation des composés intermétalliques est aussi minimisée, grâce à une formation rapide du joint, avec des résultats favorables pour la ductilité et une structure granulaire plus fine (solidification et refroidissement rapides), en plus d'une amélioration des propriétés de fatigue. [Mat G - 02]

Différents auteurs ont recherché à assembler l'aluminium et le magnésium par cette technique ou des techniques lasers hybride, notamment [Liu L - 10; Liu L - 07b, Liu L - 06, Liu L - 07c, Bor R - 05]. Ces auteurs montrent qu'en soudage laser et laser hybride, les microfissures dans le bord des zones de fusion, qui représente l'interface entre phase d'eutectique de Mg-Al et le composé intermétallique de Mg-Al (d' Al_3Mg_2 et $Al_{12}Mg_{17}$), sont

la source de fissuration. La couche d'interface est constituée d'intermétalliques d' Al_3Mg_2 et $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$, étant la principale cause de fissuration et d'échec des assemblages. Les résultats obtenus avec le soudage hybride laser-TIG [Liu L - 06] sont meilleurs que le soudage TIG [Liu P - 07]. Aussi pour l'assemblage dissimilaire Al/Mg par un procédé soudo-brasage (LWB), de meilleurs résultats ont été observés comparativement avec le soudage laser de ces alliages. Le meilleur comportement obtenu avec LWB est déterminé principalement par la microstructure d'assemblage. Une résistance supérieure à l'essai de traction (cisaillement de la zone fondue) a été obtenue en LWB par rapport à un soudage par conduction. [Liu L - 10] La température de bain fondu est plus grande pour le soudage laser comparativement avec le LWB. Avec l'influence du stress thermique et la caractéristique des phases intermétalliques Mg-Al et de la phase eutectique Mg-Mg₁₇Al₁₂, la possibilité d'apparition des microfissures en soudage LWB des alliages d'Al et Mg, est diminuée comparativement au soudage laser. Pour le LWB, la source de la fissuration se retrouve dans le centre de la zone fondue étant moins dangereuse par rapport au soudage laser, pour laquelle la fissuration est localisée à l'interface. [Liu L - 09a]

CHAPITRE 2 : OBJECTIFS, MÉTHODOLOGIE ET MOYENS MISES EN ŒUVRE

2.1. Les objectifs

L'objectif est d'étudier la problématique de l'assemblage par fusion, des couples dissemblables d'alliages à base d'aluminium et d'alliages à base de magnésium avec apport de fil.

La phénoménologie des assemblages dissimilaires Al-Mg inclut plusieurs aspects pour maîtriser l'assemblage :

- a. chimie et thermodynamique,
- b. maîtrise de la formation de l'interface hétérogène Al-Mg pour limiter l'accumulation des composés intermétalliques qui peuvent être produits (identification des intermétalliques et leur taux),
- c. maîtrise des cinétiques de chauffage et refroidissement,
- d. facteurs critiques d'influence et leur interaction (facteurs chimique, énergétique et de solidification).

Ainsi l'homogénéité, la formation des intermétalliques et la dilution des joints seront considérées dans notre étude comme des facteurs primordiaux.

La solution consiste toujours à limiter la fusion d'un des matériaux de base pour éviter la problématique de la dilution et donc des incompatibilités métallurgiques comme nous l'avons décrit dans la recherche bibliographique. Il s'agira donc de réaliser un soudobrasage d'où la nécessité de mettre en œuvre des sources d'énergie relativement souples d'utilisation.

Ainsi les expériences seront effectuées avec deux sources énergétiques utilisées dans l'assemblage hétérogène par fusion : le laser et le CMT. Elles ont été choisies car le mode d'apport d'énergie est très différent et elles permettent de mieux localiser l'apport de chaleur et commencent à être répandues dans l'industrie. Le CMT est une source énergétique par arc électrique développée à partir du procédé GMAW (soudage MIG), et la source laser sera un Yb:YAG. Nous pourrons ainsi étudier l'effet du procédé.

Par ailleurs, le soudobrasage est souvent réalisé sur des assemblages à clin. L'assemblage hétérogène génère deux interfaces dont les comportements seront différents en fonction du matériau d'apport. Aussi, pour limiter le nombre des paramètres pouvant intervenir dans les mécanismes et donc dans les résultats, nous nous limiterons à étudier le dépôt d'un matériau d'apport sur un substrat. En effet, il a été montré que pour une soudure dissimilaire, le matériau d'apport doit au moins avoir une bonne compatibilité avec un des substrats.

2.2. La stratégie expérimentale

Les systèmes technologiques modernes sont caractérisés par :

- leur complexité;
- un caractère diffus;
- leur faible organisation.

Dans ces conditions, les possibilités de modéliser le comportement des systèmes technologiques modernes à l'aide d'un modèle analytique global est parfois irréalisable (ou trop long) et la modélisation expérimentale, à base d'approches statistiques, est souvent la plus efficace [CIC E - 07].

Afin de définir les facteurs d'influence critiques et leurs interactions sur la qualité de la jonction, nous mettrons en œuvre une analyse statistique par plans d'expériences incluant les paramètres opératoires du procédé et la chimie des alliages, le but étant de proposer une démarche applicable ou susceptible d'être appliquée en vue d'autres assemblages.

L'approche est complétée par l'emploi d'alliages de compositions chimiques différentes. Ceci permet d'agir, à la fois sur les intervalles de fusion/solidification et sur la nature et la répartition des composés formés. Nous pourrions ainsi établir une cartographie des effets paramétriques en lien avec le comportement de la jonction. Un plan d'expérience factoriel a aussi été utilisé pour étudier l'influence de la chimie et de la thermique sur les caractéristiques des assemblages hétérogènes Al-Mg et établir des domaines paramétriques de soudage.

L'étude de l'assemblage des alliages Al/Mg va être réalisée en suivant une stratégie systématique basée sur la mise en place de plans d'expériences. L'avantage de cette stratégie est de pouvoir explorer d'une manière systématique, l'espace expérimental défini à priori. La mise en place de la méthode de plan d'expérience suppose :

- de définir les fonctions « objectifs » qui peuvent caractériser d'une manière pertinente l'assemblage obtenu ;
- d'identifier les facteurs d'influences sur lesquels il faudra agir pour la réalisation des essais ;
- d'établir les types de programmes expérimentaux de base à utiliser, leur succession et le nombre d'essais à réaliser.

Dans le cas d'une modélisation empirique à l'aide des plans d'expériences, nous cherchons à maîtriser les sorties en agissant sur les entrées, c'est-à-dire à expliciter, à partir des résultats expérimentaux, la liaison entre les fonctions objectifs (sorties) et les facteurs d'influences (entrées). [CIC E - 07]

La représentation de l'expérimentation factorielle, avec le mode de positionnement du problème (facteurs d'influences, fonctions de réponse) est visible dans la figure 2.1. Bien entendu, il convient d'ajouter tout mode d'action qui sera choisi pour améliorer la santé de la jonction, par exemple une agitation forcée du bain pour modifier la localisation des composés intermétalliques.

La structure d'une expérience est déterminée par :

- le nombre des essais à réaliser - N,
- les conditions de réalisation des essais pour atteindre l'objectif de la recherche.

Etablir le nombre d'essais nécessaires est difficile parce qu'il existe deux tendances opposées :

- inclure tous les facteurs avec plusieurs niveaux, pour obtenir un modèle adéquat,
- minimiser le volume de l'expérience pour réduire la durée et les coûts de l'étude, d'où la nécessité de planifier d'une manière appropriée les expériences.

Une stratégie expérimentale convenable doit fournir des informations sur la direction à suivre vers l'optimum des fonctions "objectif".

La stratégie expérimentale s'applique à l'aide d'un plan d'expérience, pour lequel est associé une matrice-programme. Pour la construction des matrices-programmes optimaux à l'aide d'un plan expérimental optimal, il faut respecter les conditions suivantes :

- placer les points expérimentaux aux extrémités du domaine expérimental ;
- faire intervenir toutes les variables (tous les facteurs d'influence) à chaque essai.

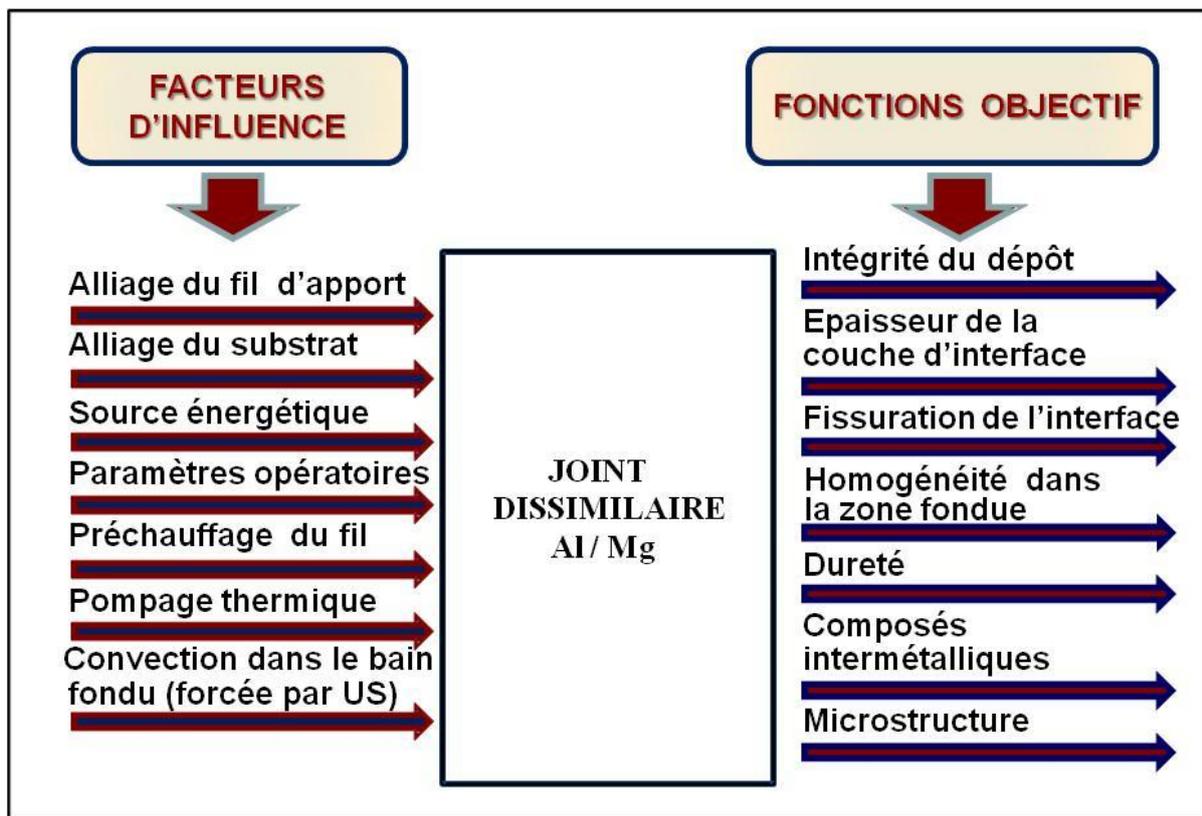


Figure 2.1 : Forme générale de la problématique du soudage dissimilaire Al / Mg

D'habitude pour les phénomènes et les processus, la liaison entre une fonction objectif y et les facteurs d'influence s'écrit, de la manière suivante :

$$y = \varphi(x_1, x_2, \dots, x_k, z_1, z_2, \dots, z_m, \beta_1, \beta_2, \dots, \beta_d) \quad (1),$$

avec :

- x_1, x_2, \dots, x_k : facteurs d'influences contrôlables,
- z_1, z_2, \dots, z_m : facteurs d'influences non contrôlables (bruit expérimental),
- $\beta_1, \beta_2, \dots, \beta_d$: coefficients de régression.

La forme et la structure réelle du système physique à étudier n'est pas connue d'habitude et nous essayons d'obtenir à partir des résultats expérimentaux, une estimation de la liaison fonction objectif – facteurs d'influences contrôlables de type (2). Les coefficients b_j sont des estimations des coefficients β_j , à l'aide des résultats expérimentaux.

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_k, b_1, b_2, \dots, b_d) \quad (2)$$

Le but de la méthode des plans d'expérience (MPE) est destiné à la planification des expérimentations, la quantification des résultats des programmes expérimentaux et d'explicitier les liaisons entre la cause et l'effet (la liaison entre les facteurs d'influence et les fonctions objectifs).

L'application de la méthode des plans d'expériences se réalise en étapes successives. En général, la mise en place de la méthode des plans d'expérience suppose de commencer par les essais préliminaires, incluant de nombreux facteurs et de nombreux niveaux, en vue d'obtenir une grande diversité de situations dans l'espace expérimental exploré. L'étude des résultats des essais préliminaires, nous permettra de mettre en évidence les zones où l'assemblage sera pratiquement possible et des zones (fenêtre paramétrique) où l'assemblage n'est pas possible. Le principal objectif du programme expérimental préliminaire est l'affinage des facteurs d'influence en fournissant une hiérarchie des facteurs en fonction de leurs effets provoqués sur les fonctions "objectif" à analyser.

Par la suite, en utilisant des programmes expérimentaux exploratoires, il faut se concentrer sur les conditions autour desquelles l'assemblage hétérogène Al/Mg peut se réaliser. Les

programmes expérimentaux exploratoires sont réalisés le plus souvent en considérant seulement une partie des facteurs analysés dans les programmes préliminaires. Le but est d'obtenir, à l'aide des résultats expérimentaux, des modèles empiriques linéaires (ou quasi-linéaires) pour la mise en évidence de la direction à suivre vers l'optimum et de l'existence éventuelle des interactions significatives entre les facteurs.

Les programmes expérimentaux les plus utilisés sont les PEC2^k (plans d'expériences complets pour étudier « k » facteurs d'influence, chacun avec deux niveaux). Pour 3 facteurs d'influence (X₁, X₂, X₃), la structure de la matrice-programme PEC2³ avec 8 essais est présentée dans le tableau 2.1. La disposition des points expérimentaux dans l'espace des trois facteurs X₁, X₂, X₃ est présentée dans la figure 2.2. [Cic E – 05a]

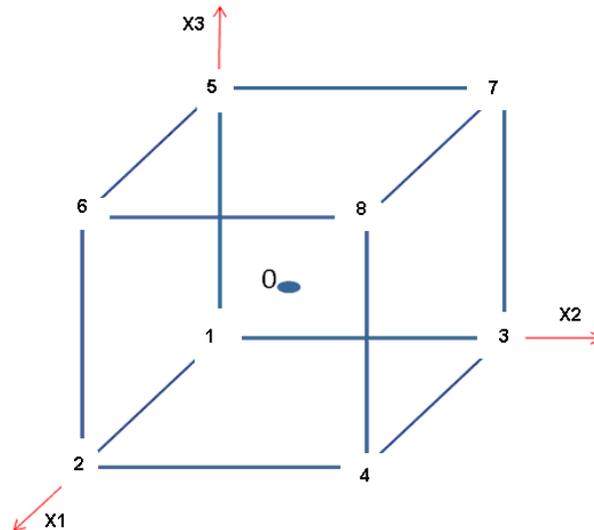


Figure 2.2 : Disposition des points expérimentaux x_1, x_2, x_3 pour la matrice PEC2³

Tableau 2.1 : La matrice-programme d'un PEC2³ [CIC E – 05]

| N° essai | Moyenne x_0 | Facteurs d'influence avec deux niveaux FI | | | Interactions I | | | | Fonction objectif FO |
|-------------|------------------|---|-------|-------|-------------------|----------|----------|-------------|----------------------------|
| | | x_1 | x_2 | x_3 | x_1x_2 | x_1x_3 | x_2x_3 | $x_1x_2x_3$ | y |
| 1 | +1 | -1 | -1 | -1 | +1 | +1 | +1 | -1 | y_1 |
| 2 | +1 | +1 | -1 | -1 | -1 | -1 | +1 | +1 | y_2 |
| 3 | +1 | -1 | +1 | -1 | -1 | +1 | -1 | +1 | y_3 |
| 4 | +1 | +1 | +1 | -1 | +1 | -1 | -1 | -1 | y_4 |
| 5 | +1 | -1 | -1 | +1 | +1 | -1 | -1 | +1 | y_5 |
| 6 | +1 | +1 | -1 | +1 | -1 | +1 | -1 | -1 | y_6 |
| 7 | +1 | -1 | +1 | +1 | -1 | -1 | +1 | -1 | y_7 |
| 8 | +1 | +1 | +1 | +1 | +1 | +1 | +1 | +1 | y_8 |
| Coef. | b_0 | b_1 | b_2 | b_3 | b_{12} | b_{13} | b_{23} | b_{123} | - |

x_1, x_2, x_3 - facteurs d'influence contrôlables ; b = coefficients de régression.

Les facteurs d'influences retenus pour l'étude sont les suivants (figure 2.1) :

- les matériaux de base des substrats avec « n_1 » niveaux ;
- l'alliage du fil d'apport avec « n_2 » niveaux ;
- les sources énergétiques avec deux niveaux ;
- les paramètres opératoires :
 - pour soudage CMT : Vitesse de soudage V_s , Vitesse d'apport de fil V_f ;
 - pour soudage laser : V_s , V_f , la puissance du laser P et le fil chaud (FC – si utilisé) ;

- le pompage thermique (PT) avec deux niveaux – réalisée en jouant sur la vitesse de refroidissement par l'utilisation d'un support à base de cuivre;
- agitation ultrasonique du bain (US) – réalisée par l'intermédiaire d'un équipement de soudage par ultrasons par vibration des plaques.

Le pompage thermique est destiné à étudier l'effet des vitesses de solidification et de refroidissement, au travers de la formation des composés intermétalliques et de l'homogénéité du bain fondu.

L'agitation US envisage une meilleure homogénéité du bain fondu, un raffinage granulaire et la dispersion des composés intermétalliques.

Suite au grand nombre de facteurs d'influence retenus et des nombreux niveaux possibles, la stratégie expérimentale choisie est d'étudier, d'une manière séquentielle, les effets des facteurs d'influence sur les fonctions objectif. Ainsi, l'étude débutera avec des plans d'expériences préliminaires, suivi de plans d'expériences exploratoires mis en place dans des zones qui présentent un intérêt pour réaliser des études plus poussées. Si on prend l'exemple du procédé CMT, les facteurs d'influence et les niveaux pris en compte pour les essais préliminaires sont détaillés dans le tableau 2.2. Les FI sont :

- les nuances AZ31 et RZ5 (alliages de magnésium) pour les matériaux de base,
- les nuances de fil d'alliages d'aluminium 5356 et Al4043,
- les paramètres opératoires Vs, Vf, avec plusieurs niveaux et le mode synergique de soudage (CMT et CMT-P),
- le débit du gaz avec deux niveaux.

Tableau 2.2 : Facteurs d'influences et de niveaux pour le plan d'expérience préliminaire pour le soudage CMT

| Niveau FI | x ₁ : fil | x ₂ : Substrat | x ₃ : Mode synergique | x ₄ : deb. Gaz [L/min] | x ₅ : Vs. [m/min] | x ₆ : Vf [m/min] |
|-----------|-------------------------|------------------------------|-------------------------------------|--------------------------------------|---------------------------------|--------------------------------|
| 1 | 5356 | AZ31 | CMT | 15 | 2 | 1,8 |
| 2 | 4043 | RZ5 | CMT-P | 20 | 3 | 3,8 |
| 3 | - | - | - | - | 4 | 4,2 |
| 4 | - | - | - | - | 5 | 6,3 |
| 5 | - | - | - | - | 6 | - |
| 6 | - | - | - | - | 6,5 | - |
| 7 | - | - | - | - | 15 | - |
| 8 | - | - | - | - | 20 | - |

Pour les essais préliminaires dans le cas des assemblages par laser, le nombre des FI et des niveaux est plus grand :

- les nuances d'alliage de magnésium : AZ31, RZ5 et AM60 pour le substrat,
- les nuances Al5356, Al4043 et Zinal 4 (2% Al et Zn base) comme fil d'apport,
- les paramètres opératoires suivants : Vs, Vf, P, Fil Chaud,
- le débit du gaz (Ar).

Une synthèse des FI et des niveaux est présentée dans le tableau 2.3.

Tableau 2.3: Facteurs d'influences et niveaux pour le plan d'expérience préliminaire pour le soudage Laser

| Niv. FI | x ₁ substrat | x ₂ fil [-] | x ₃ angle de soudage [-] | x ₄ angle de fil [°] | x ₅ pos. foc. [mm] | x ₆ deb. gaz [L/min] | x ₇ V _s [m/min] | x ₈ V _f [m/min] | x ₉ P [kW] | x ₁₀ fil | x ₁₁ fil chaud [A] |
|---------|-------------------------|------------------------|-------------------------------------|---------------------------------|-------------------------------|---------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|-----------------------|---------------------|-------------------------------|
| 1 | AZ31 | 4043 | 0 | 35 | 0 | 10 | 0,8 | 1 | 0,8 | froid | 50 |
| 2 | RZ5 | 5356 | 35 | 60 | -10 | 15 | 1 | 1,5 | 1 | chaud | 70 |
| 3 | AM60 | Zinal4 | 60 | - | -15 | 20 | 2 | 2 | 1,5 | - | 100 |
| 4 | - | - | - | - | - | - | 2,5 | 2,5 | 2 | - | 150 |
| 5 | - | - | - | - | - | - | 3 | 3 | 2,5 | - | 180 |
| 6 | - | - | - | - | - | - | 3,5 | - | 3 | - | - |
| 7 | - | - | - | - | - | - | 4 | - | 4 | - | - |
| 8 | - | - | - | - | - | - | 5 | - | - | - | - |

Les expériences de dépôt de fil en alliage d'aluminium sur des substrats base magnésium, nécessitent une étude préliminaire dans le but d'établir la faisabilité d'un tel dépôt entre les couples de matériaux envisagés et de pouvoir proposer une hiérarchie des principaux facteurs d'influence. Ainsi, l'analyse des résultats préliminaires obtenus permettra de délimiter les domaines où l'assemblage est possible, grâce à une appréciation principalement qualitative des dépôts réalisés. Donc, les fonctions objectif (FO) choisies vont mettre en évidence en premier, la réussite d'un dépôt exploitable pour faire l'objet d'une caractérisation plus poussée (réalisée après sur les résultats fournis par les plans d'expériences exploratoires). L'appréciation se fait au travers des FO qui sont :

- l'intégrité du dépôt,
- la fissuration de l'interface,
- l'homogénéité du dépôt, présence ou accumulation des composés intermétalliques (homogénéité),
- la microstructure,
- les expertises quantitatives :
 - l'épaisseur de couche d'interface,
 - la dureté dans les zones fondues.

De l'analyse de ces résultats, sont attendus les domaines favorables à l'assemblage en fonction des sources, de la composition chimique et des paramètres opératoires, avec l'indication des effets des facteurs d'influence (FI) et de leurs possibles interactions sur les fonctions objectifs.

2.3. Les moyens d'expérimentations

La solution qui implique le dépôt d'un fil d'alliage d'aluminium (diamètre 1,2 mm) sur une plaque d'alliage de magnésium (100 x 100 x 3 mm) a été choisie plutôt que la réalisation d'une jonction hétérogène, comme nous l'avons expliqué précédemment. En effet un assemblage conduit à l'utilisation de 3 alliages différents (un substrat de magnésium, un substrat d'aluminium et un fil d'apport). Cette dernière solution a pour conséquence d'introduire deux interfaces différentes. Le choix du dépôt est de simplifier le système afin de pouvoir travailler sur des systèmes moins complexes, de déterminer les facteurs d'influence et d'offrir des solutions à l'assemblage dissimilaire Al/Mg.

2.3.1. Les équipements et les dispositifs expérimentaux

2.3.1.1. Le soudage CMT

Il s'agit d'étudier une technique d'assemblage qui dérive d'un procédé classique de soudage par arc électrique (GMAV) automatisé avec un contrôle d'avance de fil d'apport et avec une faible énergie linéique (chapitre 1.3.2), présentant une bonne applicabilité au soudo-brasage [Him K - 05, Ege S - 07]. La mise en place du montage expérimental est présentée figure 2.3. Le CMT est un équipement Fronius. La torche CMT est montée sur un Robot KUKA KR6 qui assurera son déplacement (trajectoire et vitesse).

Le gaz de protection est l'argon apporté avec un débit de 20 L.min^{-1} . La préparation des tôles est réalisée par brossage mécanique suivi d'un dégraissage avant traitement.

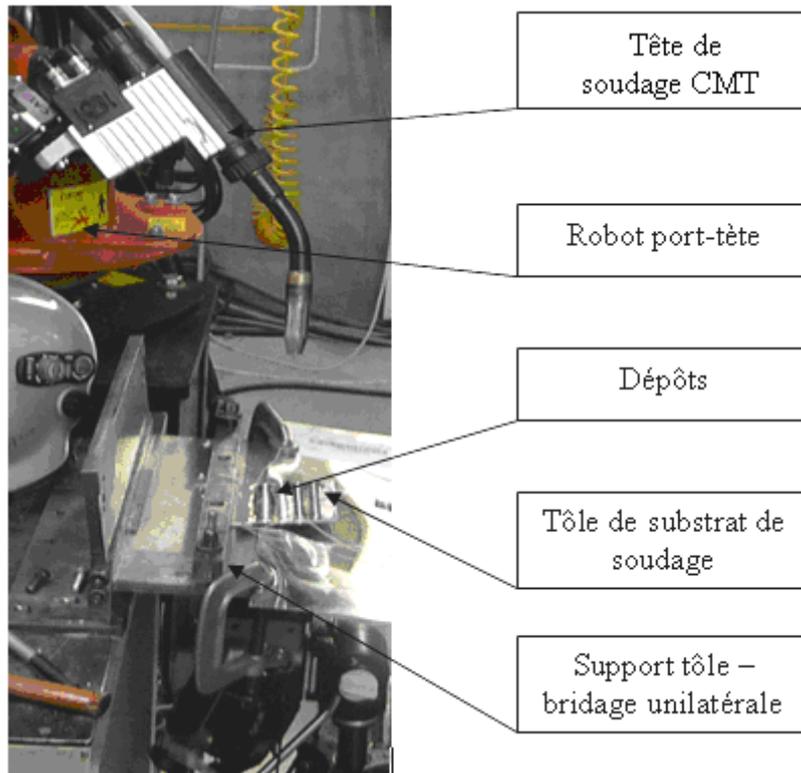


Figure 2.3 : Montage expérimental CMT

Les facteurs d'influences principaux, dépendants du procédé CMT sont :

- la vitesse de soudage (V_s),
- le type de courbe synergique et le mode de soudage (CMT, CMT-P - [Him K - 05]) qui implique le mode de transfert de gouttelette et le niveau énergétique,
- la vitesse de fil (V_f) contrôlée par le processus CMT en conformité avec la courbe synergique utilisée.

2.3.1.2. Le soudage laser

Nous mettrons en œuvre la technique (figure 2.4) qui s'apparente au soudobrasage et qui consiste à apporter de l'énergie à l'aide d'un faisceau laser au niveau du substrat ainsi que sur le fil d'apport. Le laser est une source "disques" Yb : YAG émettant à une longueur d'onde de $1,03\mu\text{m}$ et délivrant jusqu'à 6 kW de puissance maximale en mode continu (Trumpf TruDysk 6002). Le faisceau laser est transporté par une fibre optique de $600\mu\text{m}$ diamètre. Il est mis en forme par une tête laser équipée d'une optique de collimation de 200 mm et d'une optique de focalisation de 200 mm (figure 2.5). La dimension de la tache laser focalisée est de 0,6mm. Afin de favoriser le soudage par conduction et éviter le soudage en key-hole puisque nous souhaitons minimiser la dilution du matériau d'apport dans le substrat, l'exploration systématique est faite avec une tache laser défocalisée d'un diamètre de 3 mm. Cela donne

aussi une meilleure stabilité par rapport au positionnement du fil d'apport (1,2 mm) dans le spot laser. En travail sans inclinaison de support de plaque, la tête laser a été positionnée avec un angle de 10° pour éviter les réflexions dangereuses pour la fibre optique (figure 2.5).

Le fil d'apport est amené dans la zone d'interaction, avant le faisceau laser, par l'intermédiaire d'un distributeur de fil équipé d'un générateur de courant constant à fort ampérage afin de préchauffer le fil par effet résistif si nécessaire (technique du fil chaud notée FC). Ceci permet d'amener le fil à haute température et donc de le fondre plus rapidement dans l'interaction laser-matière. Cependant l'ampérage n'est pas suffisant pour fondre directement le fil au contact du substrat.

Les déplacements de la pièce sont assurés par un centre d'usinage cartésien XYZ (Laser Technologie) avec programmation de la vitesse de travail ou de soudage V_s .

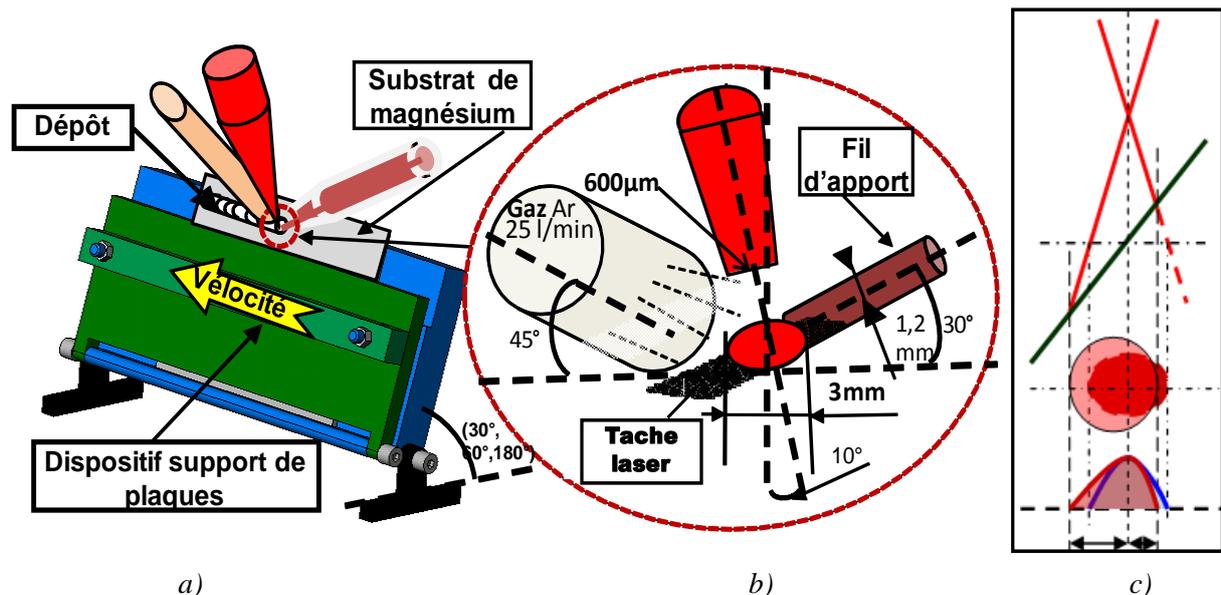


Figure 2.4 : Schéma du dispositif expérimental pour le laser-fil chaud et répartition énergétique en fonction de l'angle du substrat : a) banc de bridage, b) détail sur la tache laser, c) détail sur la projection de la tache laser en mode défocalisé, en assemblage à clin.

Comme pour le cas du procédé CMT, nous avons choisi d'étudier le dépôt d'un alliage d'aluminium sur un substrat en alliage de magnésium toujours pour éviter la problématique de double interface. En revanche, nous avons choisi de positionner le substrat avec un montage permettant de faire varier l'angle de positionnement du laser.

La figure 2.4c) présente la projection de spot laser sur une plaque positionnée en angle (par rapport à la tête laser) par le dispositif présenté en figure 2.4a. Des distributions énergétiques différentes peuvent être obtenues par rapport à l'axe de propagation du laser.

Les facteurs d'influence sont :

- Puissance laser : $P = 0,8 - 4 \text{ kW}$;
- Vitesse de soudage : $V_s = 0,8 - 5 \text{ m.min}^{-1}$;
- Vitesse d'avance de fil : $V_f = 1 - 3 \text{ m.min}^{-1}$;
- fil froid ou fil chaud (Intensité du courant de chauffage du fil : $I = 70 - 180 \text{ A}$) ;
- Position géométrique d'assemblage :
 - angles de tôle : 0° ; 35° ; 60° ;
 - angles de fil : 35° ; 60° ;
 - angles d'amenée du gaz : 45° ; 60° .

Le gaz de protection est de l'argon apporté avec un débit entre 10 et 20 L.min^{-1} . La préparation des tôles est réalisée par brossage mécanique suivi d'un dégraissage (acétone) avant traitement. Trois substrats de magnésium ainsi que trois fils d'apport ont été testés.

2.3.1.3. Le soudage laser avec agitation ultrasonore

Pour limiter la formation ou l'accumulation des phases fragiles, différentes solutions peuvent être envisagées. Parmi elles, nous envisageons la possibilité de modifier les déplacements du liquide dans le bain en introduisant des vibrations. Pour étudier cet effet, nous avons mis en œuvre une excitation ultrasonore longitudinale orientée selon l'axe longitudinal du cordon, en utilisant un générateur ultrasonore centré sur une fréquence de 20 kHz et de 2000 W de puissance. Le transformateur est d'amplitude 1:1 et la sonotrode présente une amplitude de 100 μm . Le montage expérimental est présenté dans la figure 2.5.

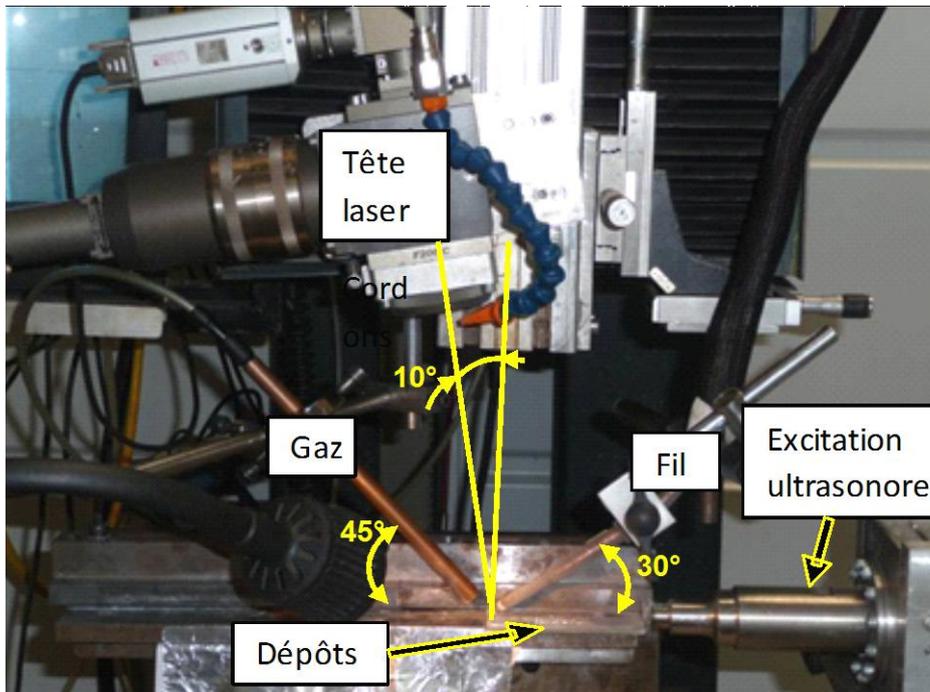


Figure 2.5 : Montage expérimental

2.3.1.4. Modification des conditions de vitesses de refroidissement

Dans le cas de l'utilisation du laser, des essais ont été réalisés avec un pompage thermique plus rapide par l'utilisation d'un support d'échantillons en cuivre (figure 2.6). L'objectif est ici d'étudier l'effet d'un refroidissement rapide sur la microstructure globale de la zone fondue et plus particulièrement sur celle de l'interface. Bien entendu, le risque est d'augmenter les problématiques de fissuration si cela conduisait à des conditions favorisant la formation des zones fragiles.

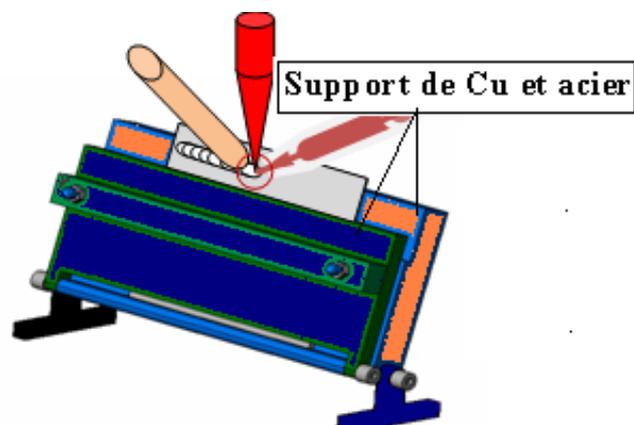


Figure 2.6 : Dispositif support de plaques

Dans l'étude expérimentale, les essais ont été effectués dans les mêmes conditions opératoires avec le support acier et le support cuivre.

2.3.1.5. Modification de la composition chimique par insertion de Zirconium

La bibliographie montre l'intérêt de l'ajout du zirconium dans un système chimique et phénoménologique complexe pour l'amélioration du comportement des alliages de magnésium et d'aluminium [Qia M - 01, Tam A - 97, Pen Y - 07]. Nous avons réalisé des expériences en ajoutant du Zr par l'intermédiaire d'une feuille de 10 μ m positionnée sur la zone fondue entre deux dépôts. Une représentation schématique du montage expérimental et de la méthode d'ajout de la feuille de Zr est présentée en figure 2.7.

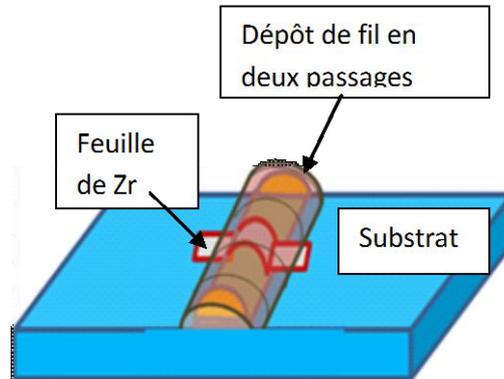


Figure 2.7 : Représentation de la méthode de dépôt

L'expérimentation utilise les mêmes couples d'alliages présentés précédemment (fil Al4043 et substrats de RZ5 et AZ31). L'ajout de Zr dans l'assemblage hétérogène Al-Mg a été aussi étudié systématiquement. Le point central des expériences avait les paramètres opératoires suivants :

- puissance laser (P) de 3 kW,
- vitesse de soudage (Vs) de 2 m/min,
- vitesse de fil (Vf) de 2 m/min,
- angle de spot de 10° par rapport à l'axe vertical,
- focalisation du spot à -15mm (tache laser de 3mm de diamètre),
- débit de gaz d'Ar de 25 L.min⁻¹.

Avant soudage, les plaques ont été nettoyées mécaniquement et chimiquement pour enlever la couche d'oxyde et les impuretés.

2.3.1.6. Les matériaux

Les alliages d'aluminium et de magnésium sont de plus en plus demandés dans la construction automobile, aérospatiale, aéronautique en raison de leurs faibles masse volumique : $\rho_{Mg} = 1,77 - 1,80 \text{ g/cm}^3$ (30% de moins que l'aluminium et 70% de moins que l'acier), $\rho_{Al} = 2,64 - 2,72 \text{ g/cm}^3$. Ils présentent de bonnes propriétés spécifiques. En revanche, la soudabilité des deux alliages est fortement problématique lors d'un assemblage par fusion.

Pour mieux comprendre l'assemblage dissimilaire des alliages d'aluminium et de magnésium et imaginer des combinaisons possibles d'alliages rendant possible la jonction, le choix des matériaux a été fait en fonction du domaine d'application, des propriétés thermophysiques et de la composition chimique. La motivation d'un tel choix de matériaux est de mieux mettre en évidence les facteurs d'influence dans le cadre d'une analyse systématique.

L'étude expérimentale systématique a consisté à déposer principalement deux nuances de fils d'aluminium [AA4043 (alliage Al-Si) et AA5356 (alliage Al-Mg)] sur deux substrats en magnésium [AZ31 (alliage Mg-Al-Zn) et RZ5 (alliage Mg-Zn-Zr)] afin de caractériser la réactivité des matériaux en présence. Dans le programme d'exploration préliminaire par laser, des essais ont été faits avec un fil de Zinal4 sur les trois substrats de magnésium et pour un substrat de AM60 avec deux fils à bas d'aluminium et le fil de zinc (annexe 2).

Les critères utilisés ont été :

- leur utilisation : une large plage d'emploi : aéronautique, automobile,
- leurs caractéristiques thermophysiques différentes,
- leur composition chimique (principaux éléments d'alliage):
 - alliages des substrats de Mg et de fils d'apport:
 - AZ31 : offre une plage large d'utilisation ;
 - RZ5 : utilisé en aéronautique et aérospatiale.
 - Alliages de fil d'apport d'Al et Zn :
 - Alliages de Zn qui permet le brasage à une température de fusion < 460°C
 - Alliages d'Al (Al-Si), qui sont des alliages de brasage à basse température, avec une bonne mouillabilité. Les alliages d'aluminium et magnésium présentent de nombreux éléments d'alliages dans leur composition. Les éléments chimiques présents dans les alliages sont des éléments ajoutés ou des éléments qui sont restés comme impuretés. La principale raison de l'ajout d'éléments d'alliage est la faiblesse des propriétés mécaniques de ces alliages.

Nous avons choisi d'utiliser des matériaux industriels. La composition chimique et les caractéristiques thermiques de ces nuances sont présentées dans les tableaux 2.7 et 2.8 et sur la figure 2.9.

Tableau 2.7 Compositions chimiques de substrats [Mag – 99 ; MatWeb]

| El. Mat. | Al | Cr | Cu | Fe | Mg | Mn | Ni | Si | Ti | Zn | Zr | Ce | Ca |
|-------------|-------------------|----|-----------|------------|------|-----------|------------|----------|----|-----------------|-----------------|----------------|-----------|
| | % poids | | | | | | | | | | | | |
| Mg RZ5 | - | - | ≤0,10 | - | Bal. | ≤ 0,15 | ≤ 0,01 | - | - | 3,5 - 5,0 | 0,4 - 1,0 | 0,75 - 1,75 | - |
| Mg AZ31 | 2,50 - 3,50 | - | ≤ 0,05 | ≤ 0,005 | Bal. | ~ 0,20 | ≤ 0,005 | ≤ 0,1 | - | 0,60 - 1,40 | - | - | ≤ 0,04 |

Tableau 2.8 : Composition chimique des fils d'apport utilisés [FSH]

| El. Mat. | Si | Fe | Cu | Mn | Mg | Zn | Cr | Ti | Al |
|-------------|---------|------|-------|------|-------|-------|------|-------|------|
| | % poids | | | | | | | | |
| Al 4047 | 12 | 0,2 | 0,007 | 0,01 | 0,02 | 0,03 | - | - | Bal. |
| Al4043 | 5 | 0,15 | 0,001 | 0,03 | 0,003 | 0,003 | - | 0,006 | Bal. |
| Al5356 | 0,06 | 0,17 | 0,004 | | 4,8 | 0,01 | 0,12 | 0,08 | Bal. |
| Zinal 4 | - | - | - | - | - | Bal. | - | - | 2 |

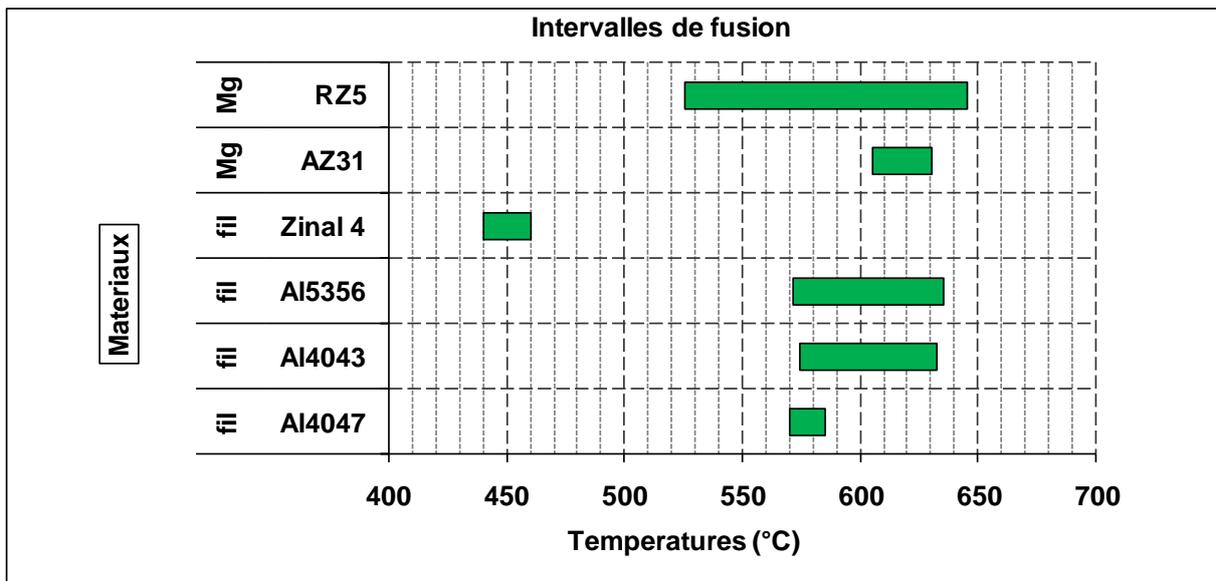


Figure 2.9 : Intervalle de fusion/solidification des alliages

Avant tout, il faut prendre en considération les intervalles de fusion entre les fils d'apport. Ces derniers définissent trois possibilités : recouvrement partiel, total ou nul des plages de fusion avec les substrats. Les conductivités thermiques des nuances utilisées dans l'exploration systématique (analyse exploratoire) sont présentées dans la figure 2.10.

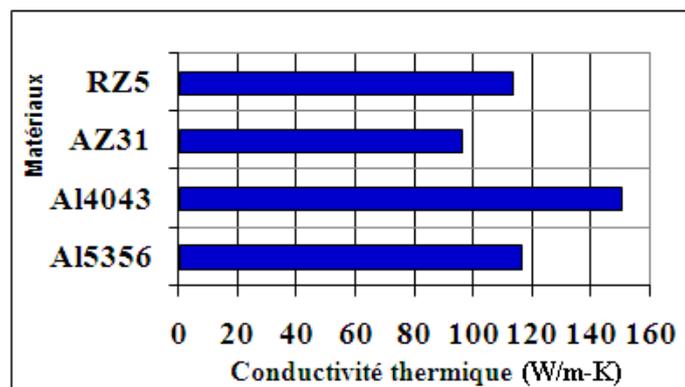


Figure 2.10 Conductivité thermique des alliages retenus.

Les autres propriétés des substrats de magnésium sont présentées pour l'alliage AZ31 et RZ5 dans le tableau 2.9.

Tableau 2.9 : Propriétés des alliages de magnésium AZ31 [Mag - 99 ; Alu - 93 ; MatWeb]

| Alliage | AZ31 | RZ5 |
|--|---|---|
| Propriétés physiques | | |
| Masse volumique | 1,77 g/cc | 1,84 g/cc |
| Propriétés Mécaniques | | |
| Dureté Brinell | 49 | 62 |
| Résistance à la traction ultime (UTS) | 260 MPa | 205 MPa |
| Résistance à la traction – limite d'élasticité (Yield) | 200 MPa Déformation 0.2 % | 140 MPa Déformation 0.2 % |
| Allongement à la rupture | 15 % | 3,5 % |
| Module d'élasticité | 45 GPa | 45 GPa |
| Propriétés Thermiques | | |
| Chaleur de fusion | 340 J/g | 370 J/g |
| Coefficient d'expansion thermique - CTE linéaire | 26.0 $\mu\text{m}/\text{m}\cdot\text{°C}$ Température 0.000 - 100 °C | 26.0 $\mu\text{m}/\text{m}\cdot\text{°C}$ Température 0.000 - 100 °C |
| | 27.0 $\mu\text{m}/\text{m}\cdot\text{°C}$ Température 20.0 - 200 °C | 27.0 $\mu\text{m}/\text{m}\cdot\text{°C}$ Température 20.0 - 200 °C |
| Chaleur spécifique | 1.00 J/g-°C | 1.00 J/g-°C |
| Conductivité Thermique | 96.0 W/m-K | 113 W/m-K |
| Solidus | 605 °C | 525 °C |
| Liquidus | 630 °C | 645 °C |

2.3.1.7. Les techniques de caractérisation

Les techniques de caractérisation qui ont été mises en œuvre sont :

a) Microscopie optique : macrographie et micrographie :

La préparation métallographique compte un polissage mécanique des échantillons jusqu'à une pâte diamantée de 1 μm suivi d'une attaque chimique pour mettre en évidence la microstructure. Le réactif de Keller (acides nitrique, chlorhydrique et fluorhydrique) a été utilisé avec différents temps d'attaque, (entre 2-30 s) et suivi d'un rinçage à l'eau, puis séchage avec alcool.

b) Microscope électronique au balayage : Imagerie et analyses chimiques ponctuelle ou cartographique.

Le microscope utilisé est un JEOL 6610LA équipé d'une microanalyse Jeol à détecteur rapide. Les images sont soit réalisées en électrons secondaires (images topographiques) soit en électrons rétrodiffusés pour les images en composition chimique.

Les compositions chimiques globales ou ponctuelles obtenues par l'analyse EDS sont utilisées, en accord avec les diagrammes binaires pour identifier les phases qui pourront se former.

c) Diffraction de rayon X : utilisée soit en foyer linéaire (mm^2) soit en foyer ponctuel (diamètre de spot d'environ 100 μm et fonction de l'angle d'incidence). La diffraction permet d'identifier les phases présentes dans un échantillon. L'identification de phases consiste à comparer le diagramme de l'échantillon inconnu à ceux des matériaux de référence répertoriés dans la base JCPDS. Cependant, il faut être conscient qu'un volume suffisant de phases doit être présent dans le volume analysé pour que les pics de diffraction puissent ressortir du bruit de fond. Le diffractomètre utilisé est un PANalytical X'pert Pro équipé d'un tube de cobalt avec un filtre fer. Le foyer linéaire couplé avec des optiques classiques pour

choisir la surface irradiée, permet les analyses de surface (profondeur d'environ 10 μ m) des zones fondues, dans la zone fondue après une coupe métallographique transversale ainsi que sur la surface dans la zone d'interface pour les cordons. L'utilisation d'un monocabillaire avec le foyer ponctuel du tube permet de faire des analyses sur une surface de l'ordre de 10⁻² mm² et est donc adaptée pour faire des mesures au plus près des interfaces. L'inconvénient est que le monocabillaire ne focalise pas le rayonnement incident mais coupe une partie du rayonnement et donc diminue fortement l'intensité X. Il faut alors des vitesses de balayage très faibles ce qui se traduit par une durée d'acquisition d'un spectre de l'ordre de 24 heures.

Les diffractogrammes ont été enregistrés dans la configuration θ -2 θ dans le domaine angulaire 2 θ compris entre 35 et 80°. Le dépouillement se fait avec le logiciel XpertPro par proposition des phases soit en automatique soit en utilisant un filtrage à partir du tableau périodique.

- d) Mesure de microdureté Vickers : Détermination de la dureté de différentes zones des dépôts ;
- e) Nano-indentation : détermination de nano-dureté et module élastique.
- f) Thermographie par caméra infrarouge (IR) - permet d'avoir une comparaison entre les évolutions des températures des différents zones expérimentales en évitant les distorsions introduites par l'arc électrique de CMT et des fluctuations d'émissivité avec la température, par une acquisition en face arrière de plaque soudée, sur une pellicule de graphite. La caméra utilisée est un appareil FLIR Systems avec une acquisition en IR à une fréquence maximale de 50 Hz.

CHAPITRE 3 : RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX, DÉVELOPPEMENT DE PROCÉDÉS ET COMPRÉHENSION DES PHÉNOMÈNES EN SOUDAGE CMT

3.1. Introduction

Les technologies laser (et laser avec fil chaud) et Cold Metal Transfer (CMT et CMT-pulse) sont celles mises à contribution dans cette étude. En effet, les apports énergétiques sont très différents et impactent donc différemment sur la structure de l'assemblage. L'approche est complétée par l'emploi d'alliages de composition chimique différente. Ceci permet d'agir, à la fois sur les intervalles de fusion/solidification et sur la nature et la répartition des composés formés. Nous pourrions ainsi établir une cartographie des effets paramétriques en lien avec le comportement de la jonction. Afin de définir les facteurs d'influence sur la qualité de la jonction (porosité, fissuration, homogénéité...), et leurs interactions, nous mettrons en œuvre une analyse statistique par plans d'expériences incluant les paramètres opératoires du procédé et la chimie des alliages. Le but est de proposer une démarche applicable ou susceptible d'être appliquée pour tout assemblage hétérogène. Une analyse systématique, mise en œuvre par l'utilisation de plan d'expériences (PE) a donc été utilisée pour étudier l'influence de la chimie et de la thermique sur les caractéristiques des assemblages hétérogènes Al-Mg. Nous démarrons l'étude par des dépôts de fils d'apport d'alliage d'Al sur plaques d'alliages de Mg, par la technologie CMT.

3.2. Analyse systématique – programme expérimental

Pour arriver à notre objectif, nous avons élaboré une base de données conséquente afin de mettre en évidence les facteurs influant significativement la qualité des jonctions. Le principe de constitution de la base de données est de déposer un matériau d'apport sous forme de fil, sur chaque substrat et d'analyser les caractéristiques de la zone « fondue » et de l'interface zone fondue / métal de base. La recherche a été mise en place en premier par l'intermédiaire d'un programme expérimental préliminaire (PE) (annexe 1b) afin de définir des fenêtres technologiques dans lesquelles il sera possible d'obtenir des dépôts exploitables. Ensuite une analyse exploratoire systématique a été mise en place à l'aide des plans d'expériences (principalement des PEC – plans d'expériences complets), pour les zones relevées comme intéressantes, suite à l'analyse des résultats préliminaires.

Les combinaisons du programme expérimental préliminaire, dans l'espace paramétrique (V_s : vitesse de soudage ; V_f : vitesse du fil) sont présentées sur la figure 3.1. Le domaine de paramètres opératoires initialement exploré comprend la vitesse de soudage ($V_s = 0,2$ à $2,5$ m/min) ainsi que la vitesse d'avance de fil ($V_f = 1,5$ à $6,2$ m/min).

Les facteurs d'influence (FI) retenus (et cohérents avec l'objectif fixé) pour les programmes expérimentaux exploratoires (de type PEC) sont :

- Facteurs de nature chimique :
 - Composition chimique des substrats avec deux niveaux de composition (nuances AZ31 et RZ5),
 - Composition chimique des fils d'apport avec deux niveaux de composition (nuances Al4043 et Al5356),
- Synergique : deux niveaux de mode de travail, en CMT et CMT pulsé (CMT-P),
- Les paramètres opératoires :
 - La vitesse de soudage (V_s),
 - La vitesse d'avance de fil d'apport (V_f).

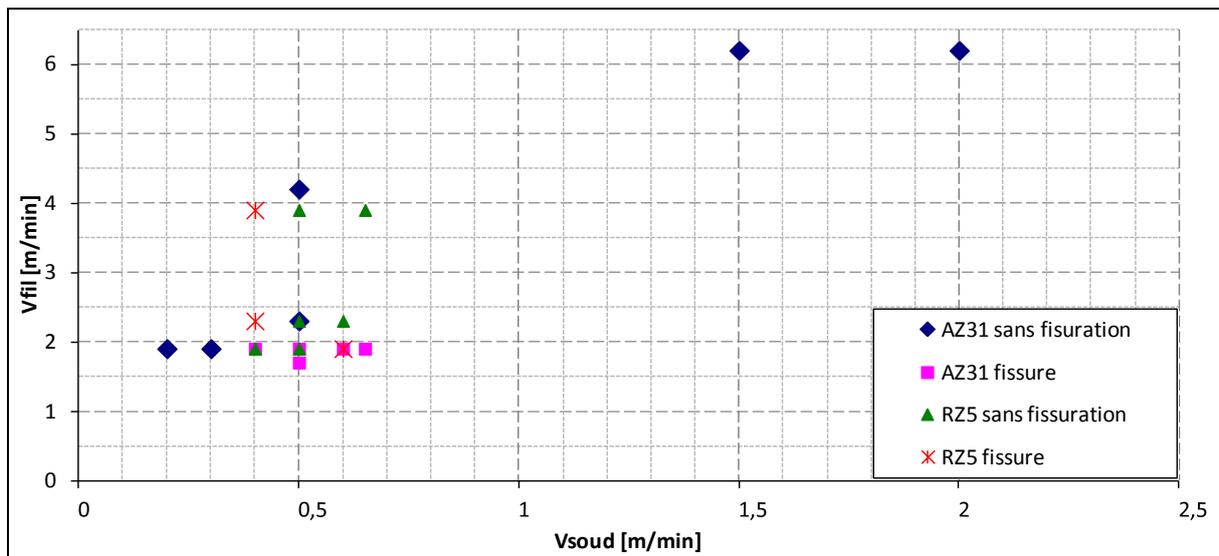


Figure 3.1. Disposition des essais préliminaires dans l'espace Vs-Vf

Pour le couple Al5356 / AZ31 par soudage CMT, une analyse systématique a été réalisée dans l'espace des paramètres opératoires Vf, Vs (fig. 3.2a). Suite aux résultats obtenus, nous avons délimité une zone de proportionnalité Vs/Vf qui permet d'obtenir des dépôts (zone 1) conduisant à des dépôts sains et deux zones adjacentes qui ne présentent pas d'intérêt (zones 2 et 3). Dans la zone 1, nous avons identifié deux sous-zones (zones 4 et 5) qui montrent une bonne reproductibilité des cordons déposés et qui sont intéressantes pour une exploration plus poussée.

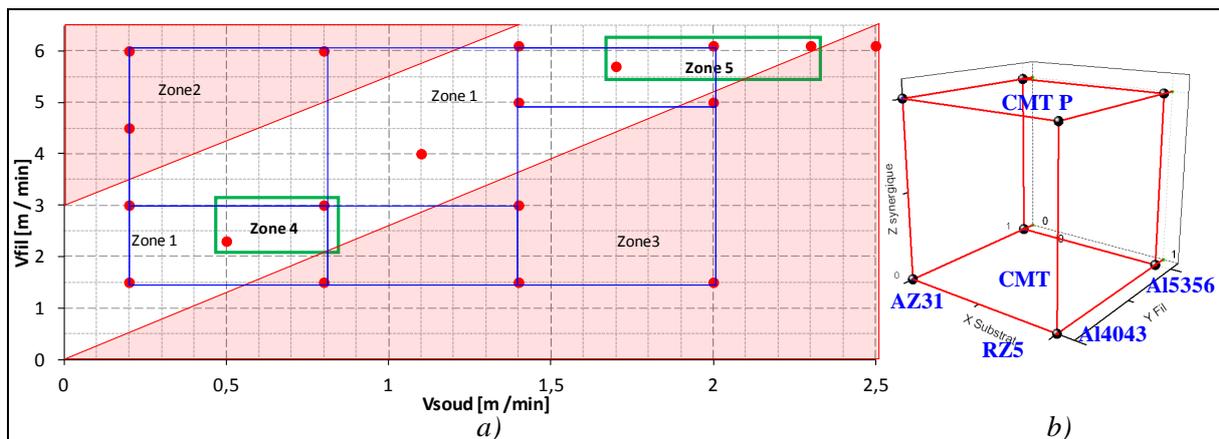


Figure 3.2 : Matrice de programme expérimental exploratoire dans l'espace : a) des paramètres opératoires Vs, Vf; b) de l'influence de la nature chimique et le mode synergique

Pour débiter l'analyse exploratoire systématique, nous avons choisi la structure d'un programme expérimental PEC23 avec trois facteurs d'influence (matériau de base / fil d'apport / courbe synergique), chacun sur deux niveaux (figure 3.2b). Pour chacune des huit combinaisons du PEC2³, 5 essais ont été réalisés pour les couples Vs/Vf situés dans les zones 4 et 5 de la figure 3.2a. Dans ces conditions, le programme expérimental exploratoire mis en place est constitué d'un total de $8 \times 5 = 40$ essais, en suivant la structure présentée dans la figure 3.3 et avec les combinaisons paramétriques des essais présentées en détail dans l'annexe 1b.

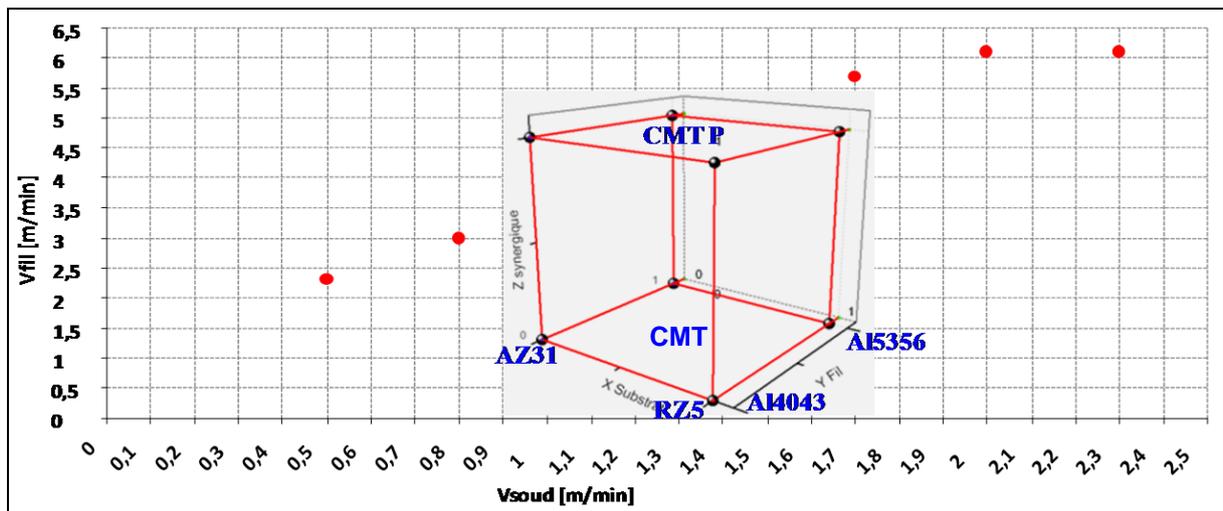


Figure 3.3. : Structure du programme expérimental exploratoire (5 couples Vs/Vf pour 8 trio matériau de base de substrat / matériau de fil d'apport / mode synergique CMT)

Donc, nous avons un facteur de nature énergétique, avec deux niveaux synergiques (CMT et CMT-Pulsé) et deux niveaux chimiques pour le fil d'apport (Al4043 et Al5356) et deux pour le substrat (AZ31 et RZ5) et 5 couples Vs/Vf.

3.3. Analyses et résultats

Parmi les 40 essais (combinaisons paramétriques) du programme exploratoire, seulement 6 combinaisons paramétriques ont permis l'obtention des dépôts sains (sans fissuration) pour 4 combinaisons différentes du trio matériau de base de substrat / matériau de fil d'apport / mode synergique CMT (CMT et CMT pulsé) du PEC2³. Des analyses plus fines ont été réalisées sur les 40 essais : analyses macrographiques et micrographiques, mesure de dureté, étude de la couche d'interface. Ces analyses nous ont permis de faire des observations et de formuler des conclusions sur les dépôts par le procédé CMT.

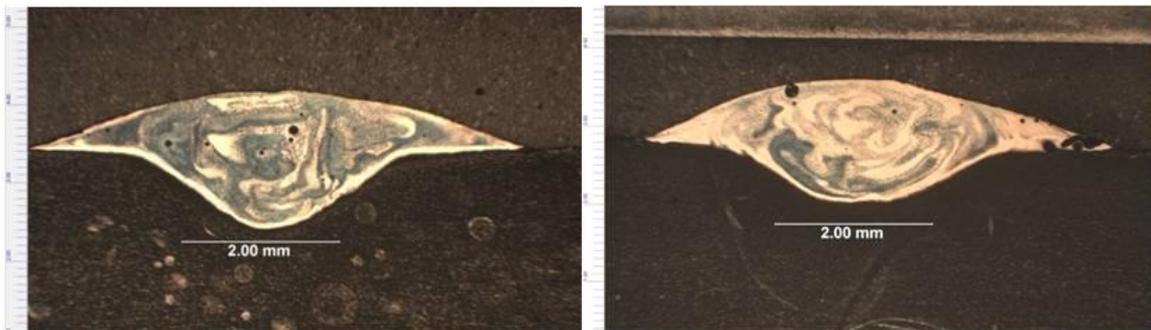
3.3.1. Analyse macrographique

Il a été observé que les dépôts ne sont pas homogènes chimiquement parlant et qu'il n'est pas pertinent de tenir compte de la dilution globale, comme dans le cas du soudage homogène. En revanche, la dilution, étudiée au niveau local (particulièrement à l'interface ou dans certaines régions spécifiques du cordon qui présentent des accumulations de composés intermétalliques) nous donne des pistes de réflexion. Il apparaît clairement que la dilution locale :

- détermine la quantité de composés intermétalliques formée,
- est influencée par la convection,
- dépend du temps de maintien en température.

Les zones formées peuvent être observées au niveau macroscopique sur la figure 3.4 et au niveau microscopique sur la figure 3.7. Les zones claires de la figure 3.4 sont riches en aluminium et les zones sombres sont riches en magnésium. On observe bien que, malgré une dilution globale similaire, la répartition des espèces chimiques est très différente. Les phénomènes de convection et la durée de maintien en température dépendent fortement des conditions opératoires, notamment dans la façon dont l'énergie a été déposée (niveau, temps de maintien). Ainsi, le volume de matière (proportionnel avec la vitesse de fil) est un facteur déterminant sur l'homogénéité des cordons, et implicitement la convection (visible au niveau macroscopique dans la figure 3.4).

Les zones d'accumulation des composés intermétalliques doivent être évitées ou réduites. Ainsi, nous considérons nécessaire de travailler sur la dilution locale et de déterminer les conditions assurant la minimisation des composés intermétalliques.

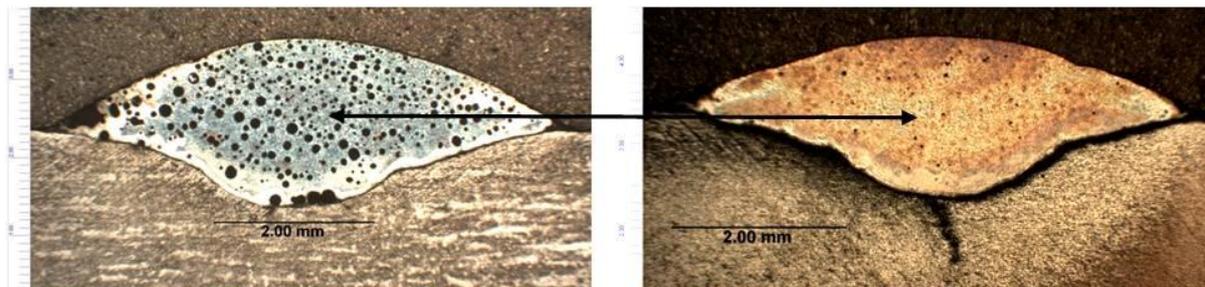


a) $V_f = 6,1 \text{ m/min}$; $V_s = 2 \text{ m/min}$

b) $V_f = 6,1 \text{ m/min}$; $V_s = 2,3 \text{ m/min}$

Figure 3.4. Aspect macroscopique des dépôts d'Al5356 sur RZ5 par CMT-P

La présence de porosités dans les cordons est également un point important à noter ; elles sont particulièrement présentes lorsque le substrat est un alliage en AZ31 (figure 3.5), même pour des conditions de réalisation similaire ($V_f = 5,7 \text{ m/min}$; $V_s = 1,7 \text{ m/min}$) que celles pour des cordons réalisés avec un substrat en RZ5.



a) AZ31

b) RZ5

Figure 3.5 Macrographies montrant l'influence de la nature du substrat sur la formation de porosités

Les raisons de la présence de porosités, plus prononcée dans les dépôts réalisés sur un substrat d'AZ31, est difficilement explicable. La littérature mentionne, dans le cas du soudage des alliages d'aluminium et de magnésium, que la porosité est fortement influencée par la teneur en Zn, Al et H_2 . Normalement, une teneur élevée en Zn favorise la porosité par vaporisation du zinc dans le bain fondu, mais dans notre cas, c'est la situation inverse qui se produit (teneur en Zn plus forte pour le RZ5). D'autres phénomènes sont mentionnés (« back-filling », fraction d'eutectique par rapport à la croissance dendritique) mais ne permettent pas d'expliquer la systématisme du phénomène avec le substrat AZ31. Nous retiendrons comme source la plus probable de porosités, la présence d'une couche d'oxyde en surface du substrat en AZ31 et la faible dissolution des gaz dans le métal solide.

Les conditions énergétiques peuvent être regardées via les conditions de refroidissement des cordons. Deux aspects semblent ressortir de nos expérimentations :

- Une asymétrie des cordons (figure 3.6) semblant liée au système de fixation des tôles. La tôle est fixée d'un seul côté ce qui favoriserait un pompage thermique dissymétrique et donc une asymétrie du cordon, lorsque ce dernier est réalisé à proximité de la bride de serrage. Si ce fait était avéré et que les différences observées en termes d'épaisseur de la couche d'interface (sur le même dépôt) proviennent bien de la différence de pompage thermique, cela va agir comme un effet marqué de ce paramètre. Cependant, des cordons de ce type sont également rencontrés lorsque les conditions opératoires ne sont pas parfaitement maîtrisées,

- Une différence de comportement en fonction de la nature du matériau utilisé pour l'outillage de maintien des échantillons, selon que ce matériau présente ou non une conductivité thermique élevée.

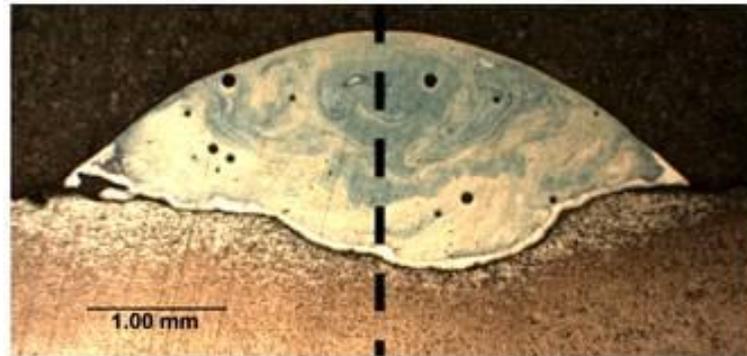


Figure 3.6: Asymétrie d'un cordon ($V_f = 6,1 \text{ m/min}$; $V_s = 2 \text{ m/min}$)

3.3.2. Analyse micrographique

Différentes zones de microstructures ont été identifiées, en partant du substrat (figure 3.7) et en avançant en direction du cœur du dépôt :

- une zone affectée thermiquement près de l'interface,
- une zone présentant un front plan au niveau de l'interface, suivie d'une croissance dendritique,
- une zone dite de « couche d'interface » dont la microstructure varie,
- la zone du cordon à proprement parler, dont l'aspect dépend des phénomènes de convection et de solidification.

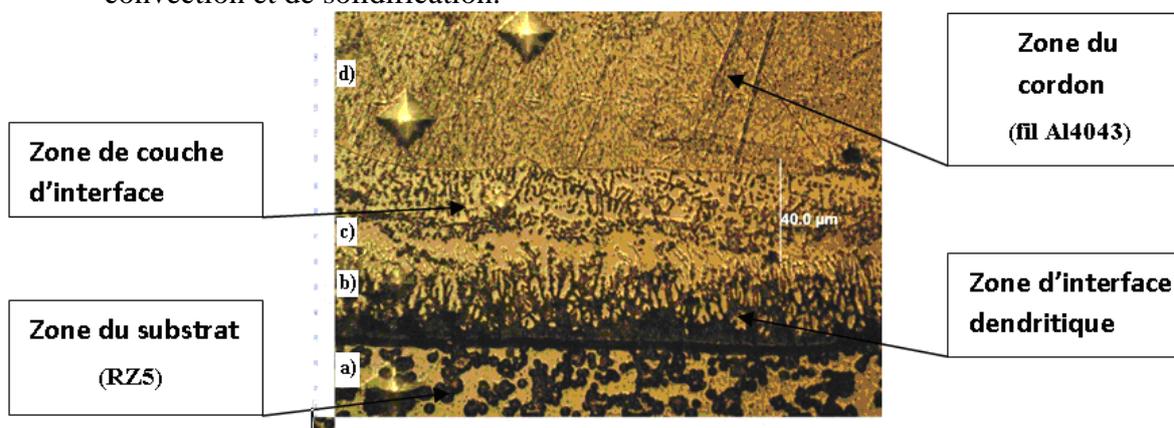


Figure 3.7 Identification des zones au niveau de l'interface hétérogène Al/Mg.

3.3.3. Positionnement des zones microstructurales sur le diagramme binaire Al-Mg.

Afin de connaître les phases présentes dans les différentes zones décrites précédemment, nous avons réalisé des analyses ponctuelles sur des coupes métallurgiques par sonde EDS. Ensuite, les résultats sont comparés avec les phases du diagramme d'équilibre. Bien entendu, il est toujours possible, compte tenu des vitesses de solidification et de refroidissement (difficilement mesurables in situ), que certaines phases soient hors équilibre et donc absentes du diagramme. Cependant, la bibliographie montre que cette approche est raisonnable si les précédentes restrictions sont présentes à l'esprit. La seconde difficulté est que la règle des bras de levier pour déterminer les fractions respectives des différentes phases, est encore plus sujette à caution. Cependant, cette méthode est un des moyens les plus simples pour qualifier la microstructure.

Les domaines de composition des différentes zones ont été positionnés sur le diagramme d'équilibre Al-Mg (figure 3.8) :

- (a) représente le substrat de RZ5 et plus particulièrement la zone affectée thermiquement ZAT ; Il s'agit d'un domaine biphasé composé d'environ 98% de solution solide de magnésium (Mg) et 2% d' $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$;
- (b) représente la zone dendritique dans l'interface ; l'écart de composition de cette zone nous situe à la fois dans le domaine (Mg) + $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ et $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ + Al_3Mg_2 . Il est fort probable que dans cette zone dendritique nous ayons coexistence de ces deux domaines. Seule une micrographie à plus fort grossissement (MET) pourrait apporter une réponse ;
- (c) représente la couche d'interface avec l'existence des deux phases $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ + Al_3Mg_2 ;
- (d) représente la zone basse de dépôt dont la microstructure semble composée de (Al) + Al_3Mg_2 .

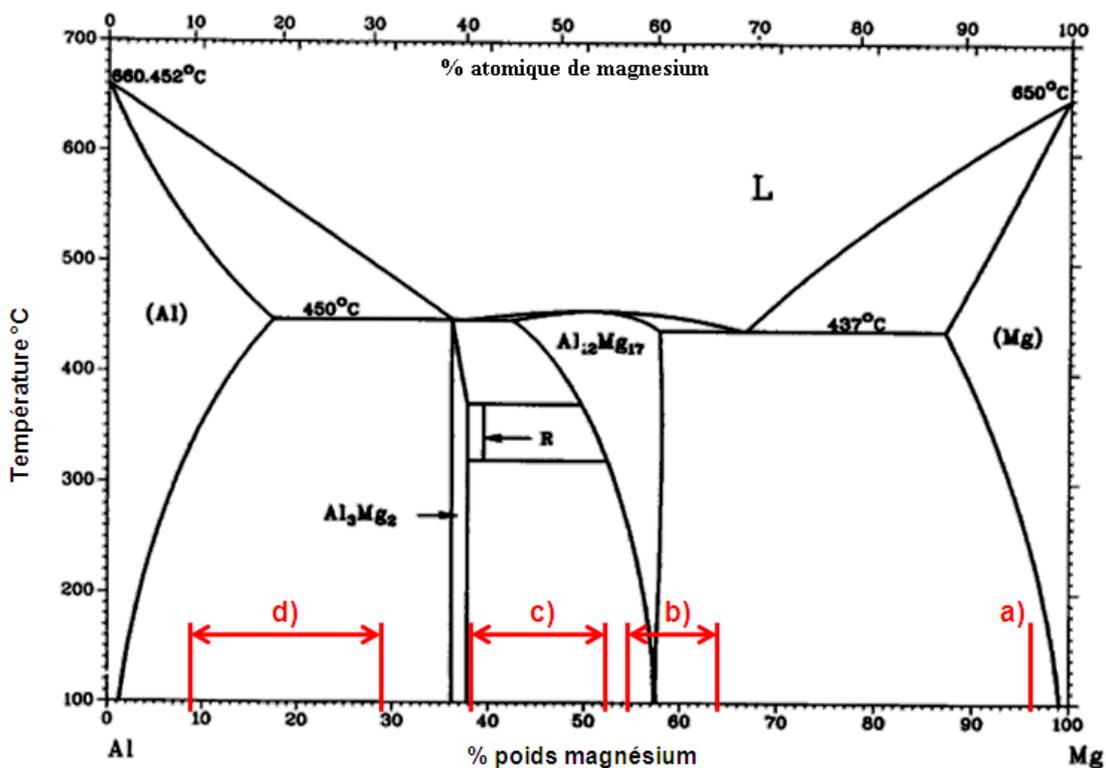


Figure 3.8 : Diagramme binaire Al-Mg avec la position des différentes zones vue sur la micrographie

Dans les différentes zones identifiées, les plus problématiques sont b) et c) situées dans l'interface dissimilaire en limite de la zone fondue et du substrat, avec une forte présence de composés pouvant fragiliser l'interface. La zone fondue peut s'avérer elle aussi problématique car suivant la teneur en magnésium, nous pouvons avoir une fraction volumique locale très forte en phase Al_3Mg_2 .

3.3.4. Analyse de dureté

Les meilleurs résultats, en termes de niveau de dureté et d'étendue de zones dures, sont obtenus avec une énergie linéique minimale avec le fil d'apport en Al4043 sur un substrat en RZ5 et aboutissent à un assemblage sans fissuration. Le concept d'énergie linéique minimale semble donc nécessaire mais non suffisant. Les « meilleurs résultats » sont définis pour les dépôts sans fissuration, qui montrent un niveau faible et homogène de dureté (autour 100HV) dans le cordon et une épaisseur réduite d'interface (<50 μm), car la dureté d'interface est toujours élevée.

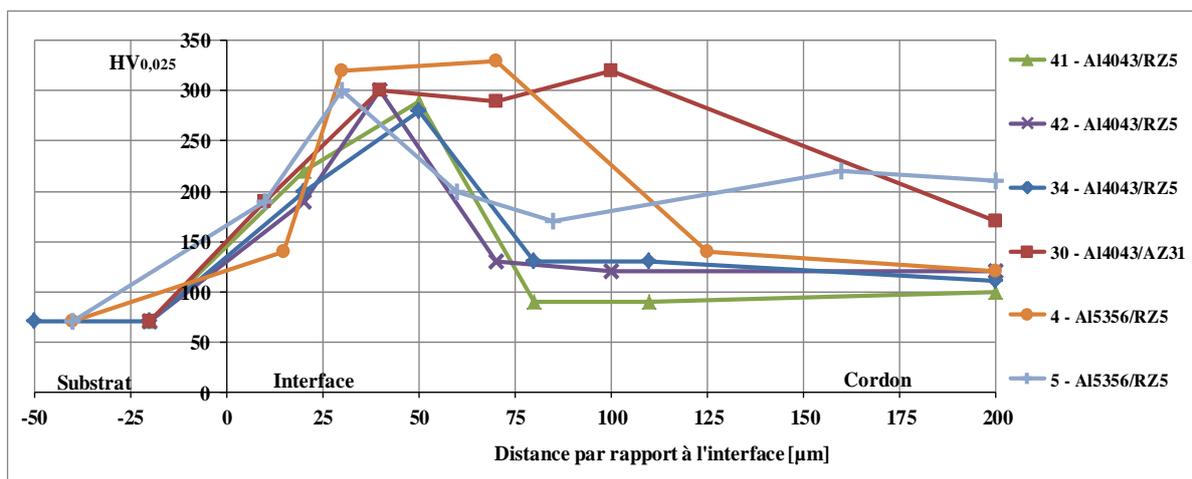


Figure 3.9 : Filiation de dureté dans la zone d'interface, pour les dépôts exempts de fissuration

Même pour les joints sans fissuration, la couche d'interface présente une dureté élevée, jusqu'à 6 fois plus dure ($350\text{HV}_{0,025}$) que le substrat ($60\text{-}70\text{HV}_{0,025}$) et deux à trois fois plus dure que le cordon ($\sim 100\text{ - }150\text{HV}_{0,025}$). Les mesures de dureté (fig. 3.9) ont été réalisées avec les conditions de soudage présentées dans le tableau 3.1.

Il est visible que les dépôts réalisés avec le substrat de AZ31 ou avec un fil d'Al 5356 (essais 34, 30, 4) montrent des fluctuations de dureté en cordon, avec des zones élevées (jusqu'à 300HV) représentant des domaines probablement riches en composés intermétalliques et prédisposés à la fissuration. Par ailleurs, l'interface avec une dureté élevée présente une épaisseur plus importante pour les dépôts réalisés avec le substrat de AZ31 ou avec le fil d'Al5356 (plus de $100\mu\text{m}$ pour le substrat de AZ31 – essai n° 30).

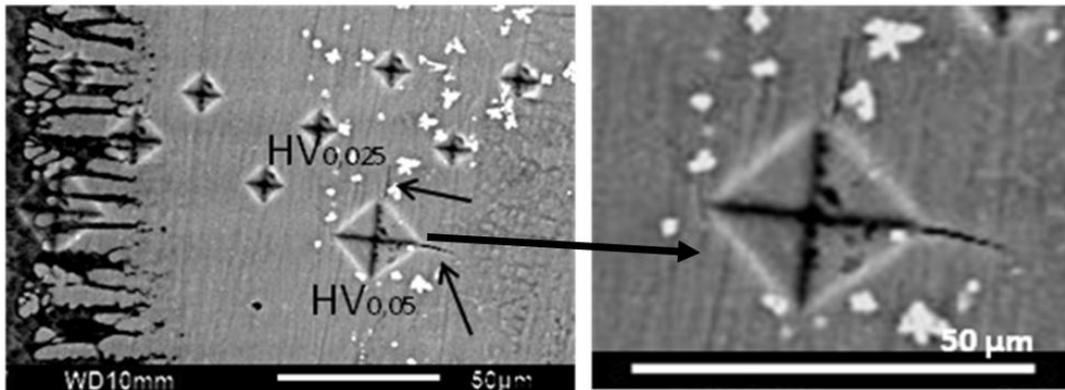
Les conditions énergétiques ont été appréhendées via l'**énergie linéique**. Il apparaît que les essais sans fissuration ont été réalisés autour de 35 à 60 kJ/m, pour une plage analysée qui varie entre 11 et 90 kJ/m (programme exploratoire des paramètres opératoires). En dessous de cette énergie linéique minimale, le dépôt est impossible. De même, le rapport V_s/V_f pour les essais exploratoires, est compris dans la fourchette allant de 0,21 à 0,37, alors que la zone explorée, par les essais préliminaires, va de 0,04 à 1,31. Le tableau 3.1 ne représente que les essais sans fissurations tirés du PEC2³ (figure 3.3) pour les 5 couples de paramètres opératoires.

Tableau 3.1 : Conditions opératoires de cordons CMT ne présentant pas de fissuration

| n° | fil | substrat | Courbe synergique | I (A) | U (V) | Vf ($\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$) | Vs ($\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$) | P (W) | E (J/m) | Vs/Vf |
|----|---------|----------|-------------------|-------|-------|---------------------------------------|---------------------------------------|-------|---------|-------|
| 41 | Al 4043 | RZ5 | CMT P 879 | 36 | 14,3 | 2,3 | 0,5 | 515 | 61676 | 0,21 |
| 42 | Al 4043 | RZ5 | CMT P 879 | 46 | 14,1 | 3 | 0,8 | 649 | 48645 | 0,26 |
| 34 | Al 4043 | RZ5 | CMT 875 | 51 | 11,3 | 3 | 0,8 | 576,3 | 43222 | 0,26 |
| 30 | Al 4043 | AZ31 | CMT 875 | 88 | 14 | 5,7 | 1,7 | 1232 | 43482 | 0,29 |
| 4 | Al 5356 | RZ5 | CMT 875 | 90 | 16,7 | 6,1 | 2 | 1503 | 45090 | 0,32 |
| 5 | Al 5356 | RZ5 | CMT 875 | 90 | 15,6 | 6,1 | 2,3 | 1404 | 36626 | 0,37 |

3.3.5. Analyse de la couche d'interface

La couche d'interface représente la zone la plus sensible à la fissuration puisqu'elle est riche en composés intermétalliques présentant une grande dureté et une susceptibilité à la fragilité avec fissuration. Il s'agit principalement d' Al_3Mg_2 et $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ en accord avec le diagramme binaire Al-Mg et l'analyse EDS (figure 3.8).



a) interface

b) départ d'une fissure au coin d'une indentation

Figure 3.10 : Micrographie d'une interface montrant des indentations de microdureté

Un indicateur de fragilité est l'amorçage des fissures lors d'une indentation de microdureté. C'est d'ailleurs une méthode d'estimation du K_{IC} d'un matériau fragile (utilisée souvent pour les céramiques). Ici, la fissuration a débuté au niveau du sommet de l'empreinte réalisée avec une charge de 25 grammes (figure 3.10), fissure qui se propage ensuite perpendiculairement au sens de polissage qui n'est donc pas à l'origine du phénomène. Cela montre bien la fragilité de cette zone.

L'épaisseur de la couche de composés intermétalliques à l'interface est significativement réduite (jusqu'à deux fois avec fissuration) pour un cordon avec un substrat de RZ5 ($<40\mu\text{m}$) par rapport à celle obtenue avec un substrat en AZ31 ($60-100\mu\text{m}$), pour les mêmes paramètres opératoires. Cela démontre un début d'explication quant à la fissuration systématique des cordons déposés sur l'AZ31 et qu'il est possible d'obtenir des dépôts sains sur le RZ5. Généralement, l'épaisseur de la couche de composés intermétalliques pour les dépôts sur substrat d'AZ31 est de $60-180\mu\text{m}$, comparativement aux $30-100\mu\text{m}$ pour les dépôts sur RZ5 (figure 3.11).

La première synthèse que l'on peut faire, à partir de ces résultats, est que la sensibilité à la fissuration avec le substrat AZ31, provient de la fragilité des composés et de l'épaisseur de la couche formée.

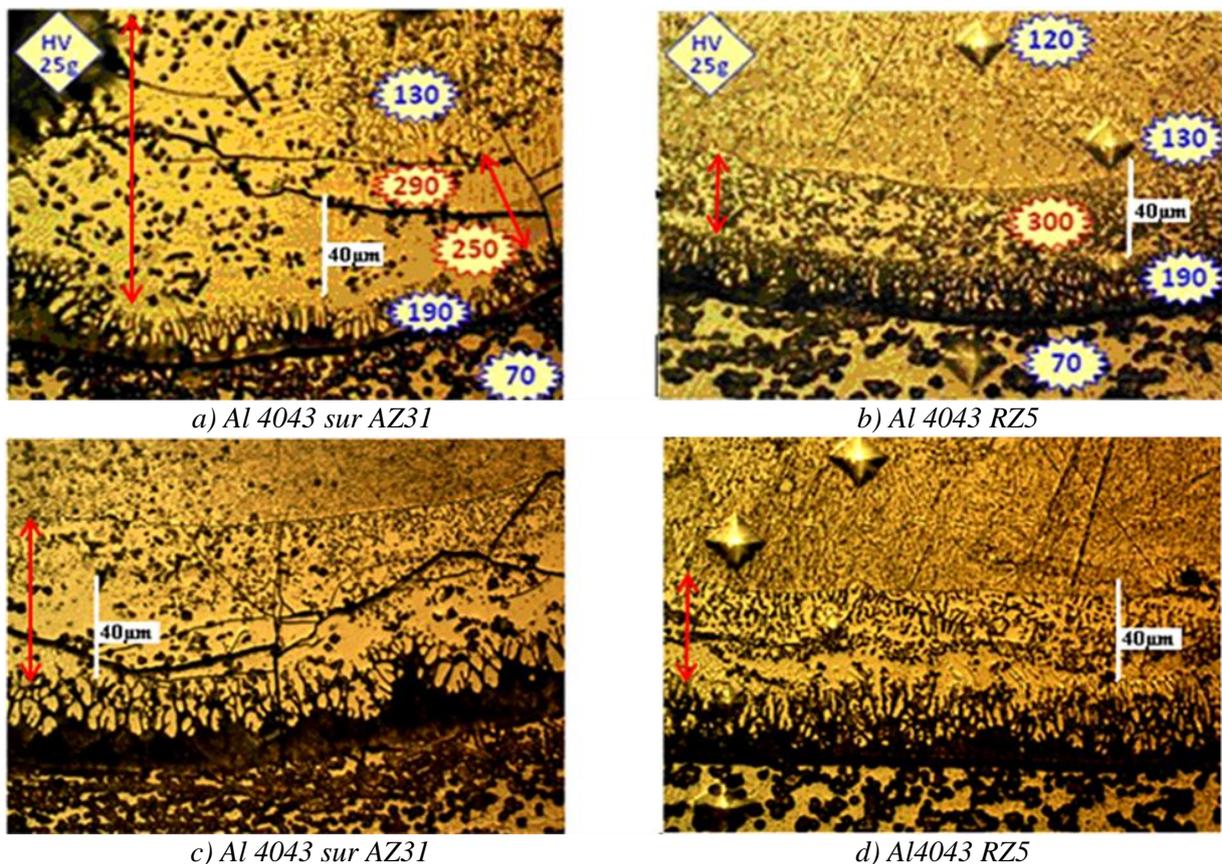
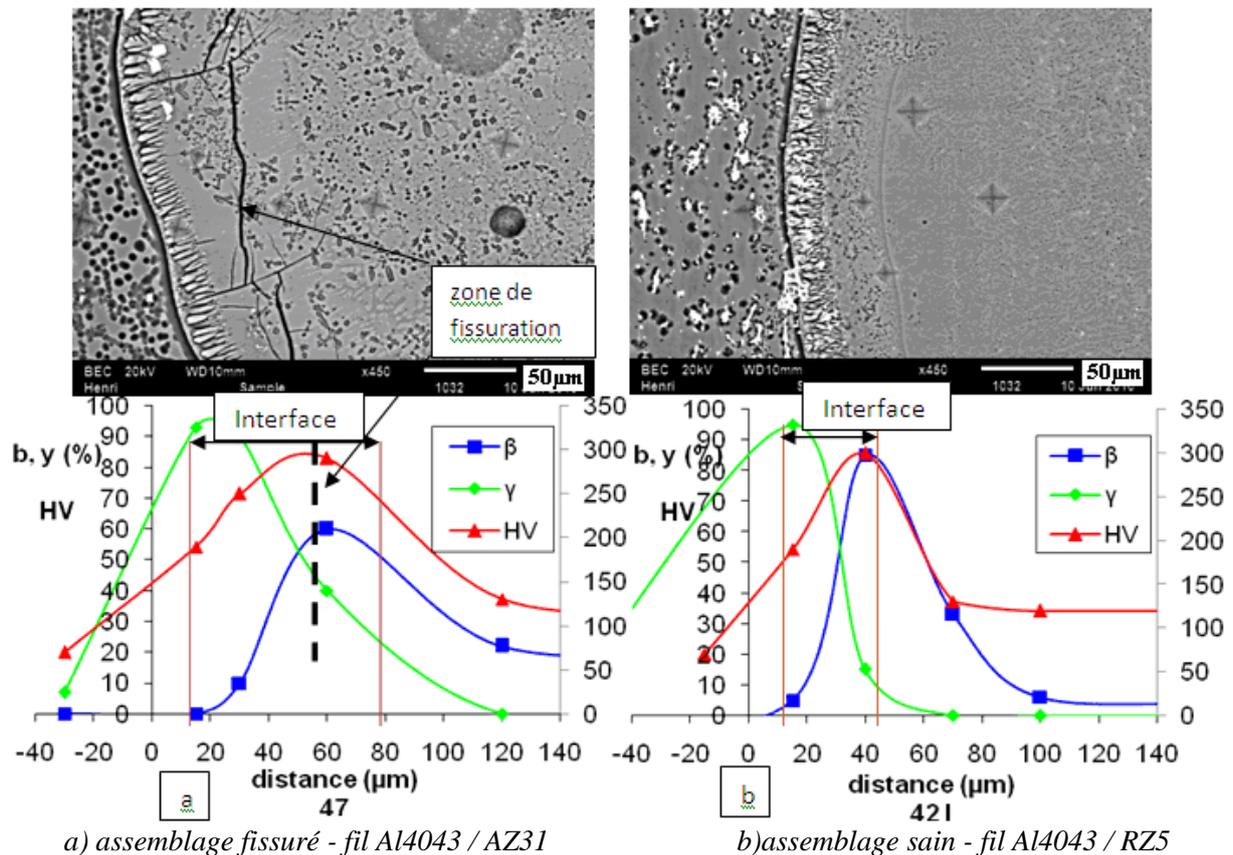


Figure 3.11 : Evolution de la couche d'interface et de la dureté du dépôt : a) et b) $V_f=3000$ mm/min, $V_s=0,8$ m/min, en CMT-P ; c) et d) $V_f=2,3$ m/min, $V_s=0,5$ m/min, en CMT-P.

La figure 3.12 présente l'évolution des phases formées dans la zone d'interface. Pour les dépôts qui ne présentent pas de fissuration, l'épaisseur de la couche d'interface est typiquement inférieure à $40\ \mu\text{m}$ (figures 3.11b et 3.12). La minimisation de cette épaisseur semble une condition nécessaire mais non suffisante pour éviter la fissuration. Nous supposons que d'autres éléments sont à corrélérer à ceci : gradients thermiques, vitesse de refroidissement.

Quoi qu'il en soit, l'influence du substrat apparaît bien sur la figure 3.12. Les deux assemblages présentés, ont été élaborés dans les mêmes conditions et une différence significative existe au niveau de l'épaisseur de la couche d'interface, plus large dans le cas de dépôt sur AZ31 (figure 3.12-a). L'allure de la courbe de dureté tend à montrer que la phase β (Al_3Mg_2) est l'élément prépondérant pour le durcissement de cette zone. Cependant la comparaison des deux cas ((a) et (b)) ne permet pas d'expliquer la fissuration par la « simple » augmentation de la dureté. Nous retiendrons donc, pour l'instant, que l'association des deux phases intermétalliques, $\gamma(\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17})$ et $\beta(\text{Al}_3\text{Mg}_2)$, sur une zone continue et épaisse ($> 40\ \mu\text{m}$) conduit à la fissuration, avec une influence de la chimie et, potentiellement, des conditions énergétiques.



a) assemblage fissuré - fil Al4043 / AZ31

b) assemblage sain - fil Al4043 / RZ5

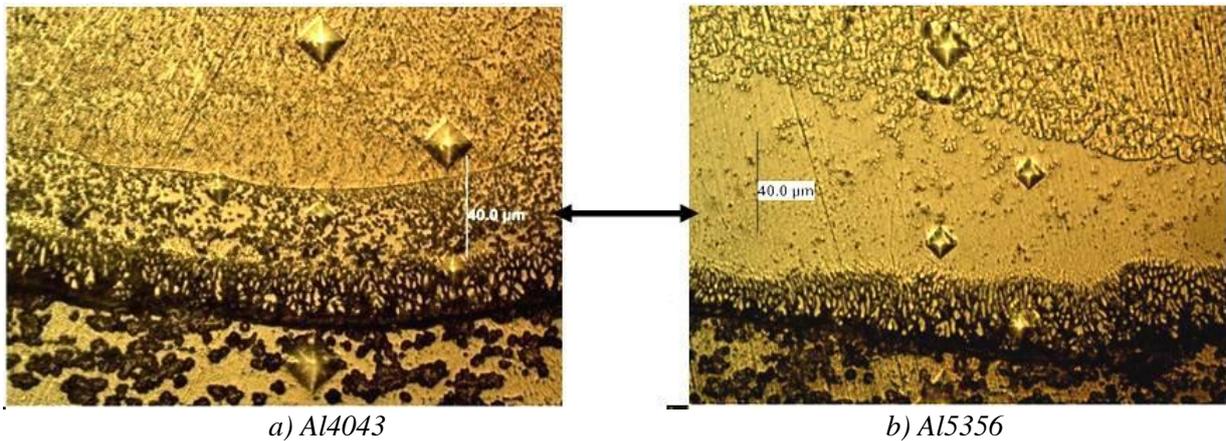
Figure 3.12 : Evolution des composés intermétalliques et de la dureté en correspondance avec la micrographie d'interface pour le soudage CMT-P, avec $V_f=3$ m/min et $V_s=0,8$ m/min :

Jusqu'ici, nous avons identifié et montré quelques comportements et tendances générales des dépôts obtenus en CMT. Maintenant nous allons essayer de comprendre et d'expliquer les phénomènes se produisant. Afin de mieux comprendre cette fissuration systématiquement obtenue avec l'alliage de type AZ31 par rapport à celui RZ5, nous allons concentrer notre attention sur les caractéristiques comparées (chimiques, énergétique, métallurgiques et thermiques) de ces matériaux.

3.4. Discussion sur les résultats

3.4.1. Facteurs d'influence chimique

La chimie, par l'intermédiaire du fil d'apport, joue un rôle important dans la constitution de la couche d'interface et du dépôt. La plupart des cordons sains, sur l'ensemble des essais dans l'espace factoriel exploré, a été obtenue avec le fil Al4043. Comme cela a été vu dans la bibliographie, les alliages d'Al-Si donnent une plus grande fraction d'eutectique ce qui est favorable pour éviter la fissuration.



a) Al4043
 b) Al5356
Figure 3.13 : Epaisseur de la couche d'interface en fonction du fil d'apport :
 $V_f = 6,1 \text{ m/min}$, $V_s = 2 \text{ m/min}$.

La présence de dendrites de Si (en noire sur la figure 3.13) et leur faible présence dans la couche d'interface (fig. 3.13b) est probablement un élément déterminant pour la fissuration fréquente des assemblages avec fil d'apport 5356. D'après les résultats des essais exploratoires, il résulte que le fil d'Al4043 (Al-Si) donne de meilleurs résultats pour les couples ($V_s - V_f$) localisés en zone a sur la figure 3.14 et que le fil d'Al5356 (Al-Mg) est favorable pour les grandes vitesses (zone b sur la figure 3.14), soit en dessus de $V_f = 6 \text{ m/min}$ et $V_s = 2,3 \text{ m/min}$.

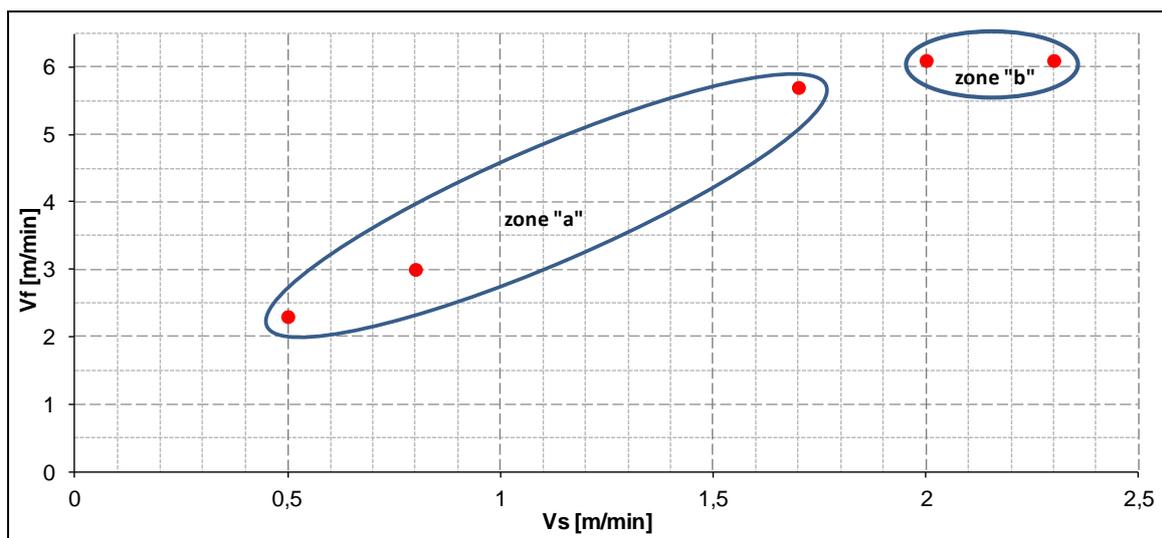


Figure 3.14 : Domaine de compatibilité du fil d'apport:
 en zone "a" – Al4043 ; en zone "b" – Al5356.

L'alliage RZ5 est un alliage contenant comme éléments d'addition principaux : Zn, Zr, Ce, Mn et l'alliage d'AZ31 est un alliage contenant Al, Zn, Si. Leurs compositions chimiques sont récapitulées dans le tableau 3.2.

En fonderie, les éléments d'alliage qui forment des composés stables avec le Zr à haute température sont nocifs pour obtenir les propriétés recherchées avec les alliages Mg-Zr. Ces éléments incluent Al, Si, et Mn. Au niveau du soudage, l'approche peut être différente, spécialement en soudage hétérogène. Dans notre cas, la présence obligatoire d'aluminium dans la jonction et sa réactivité à haute température avec le zirconium présent dans l'alliage de magnésium, limite la réaction de l'aluminium avec le magnésium et la formation de composés intermétalliques fragiles à basse température (430-450°C). C'est un des éléments d'explication que nous avançons pour comprendre le meilleur comportement des dépôts sur l'alliage Mg-Zr (RZ5).

Tableau 3.2 : Composition chimique des substrats et des fils d'apport

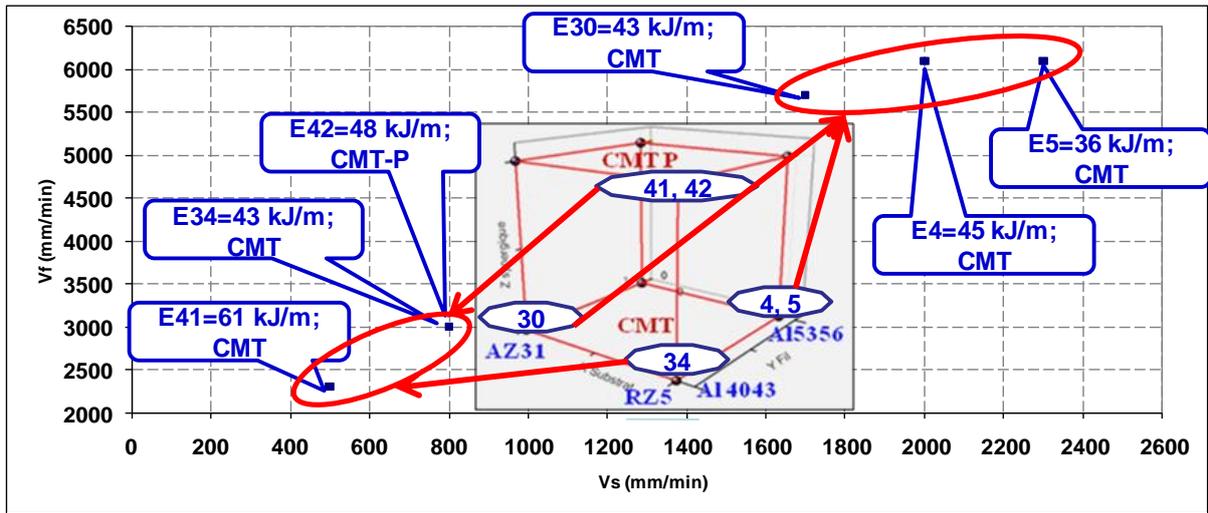
| El. Mat. | Al | Cr | Cu | Fe | Mg | Mn | Ni | Si | Ti | Zn | Zr | Ce | Ca |
|----------|-------------------|-------|--------|---------|---------|--------|---------|-------|-------|-------------|-----------|-------------|--------|
| RZ5 | - | - | ≤ 0,10 | - | 94,0 | ≤ 0,15 | ≤ 0,01 | - | - | 3,5-5,0 | 0,4 – 1,0 | 0,75 - 1,75 | - |
| AZ31 | 2,50 - 3,50 | - | ≤ 0,05 | ≤ 0,005 | 97,0 | ≤ 0,20 | ≤ 0,005 | ≤ 0,1 | - | 0,60 - 1,40 | - | - | ≤ 0,04 |
| 4043 | base | 0,001 | 0,001 | 0,15 | 0,003 | 0,03 | - | 5 | 0,006 | 0,003 | - | - | - |
| 5356 | base | 0,12 | 0,004 | 0,17 | 4,5-5,5 | 0,15 | - | 0,06 | 0,08 | - | - | - | - |

Les terres rares, comme le Cérium, agissent également positivement sur le comportement de l'alliage RZ5. Ces terres rares sont classiquement ajoutées dans les alliages de magnésium qui contiennent de l'aluminium pour améliorer la résistance au fluage et pour initier la nucléation. Dans notre cas, la couche d'interface est une région riche en Mg et Al. La zone fondue est une région riche en Al, Mg et avec la présence des Zr et Ce. Le zirconium et le cérium vont réagir avec l'aluminium avant que le magnésium n'intervienne, en formant des composés stables Al-Zr et des centres de cristallisation autour des atomes de cérium. Ainsi la teneur en aluminium réactif, à basse température, diminue-t-elle.

Si maintenant on étudie l'effet de la nature des fils Al-Si (Al4043) et Al-Mg (Al5356), l'effet bénéfique du silicium semble notable. En général, le silicium est ajouté pour contrôler la teneur en Fe, élément présent en petite quantité dans les deux fils d'apport et dans le substrat en AZ31. Le silicium, élément fondant, favorise également une croissance suffisante de la fraction liquide en zone critique. Une quantité plus grande de liquide conduit à la croissance de la couche liquide intergranulaire et la microstructure résiste mieux aux contractions qui accompagnent la solidification. Le silicium est également réputé pour améliorer l'allongement des alliages d'Al-Si-Mg-Mn. Dans quelques cas, il peut présenter des effets nocifs comme une modification de la dilatation thermique, ce qui ne semble pas le cas dans l'état actuel de notre analyse.

3.4.2. Facteurs d'influences énergétiques

Les conditions énergétiques peuvent être étudiées, dans un premier temps, via la courbe synergique utilisée. Elle agit sur le mode de transfert du métal et reflète l'énergie linéique mise en jeu et son mode de dépôt (continu, pulsé). Selon la courbe retenue, le couple (intensité ; tension) est auto-ajusté pendant l'opération de soudage. Pour les essais 34 et 42 (figure 3.15), l'énergie linéique mise en jeu avec le mode CMT pulsé est légèrement supérieure à celle mobilisée en CMT continu, tous les autres paramètres étant égaux. Le mode de transfert de la matière qui passe vraisemblablement d'un dépôt de gouttelettes à un mode de spray est sans doute à l'origine de ce changement. L'intervalle de l'énergie linéique le plus favorable est situé autour de 35-60 kJ/m. Le couples Al4043/RZ5 montre une zone favorable de dépôt pour des couples paramétriques (Vs/Vf) réduits, même si l'énergie linéique est identique pour des paramètres opératoires différents. Cela montre que l'énergie linéique ne permet pas de discriminer les résultats et qu'il est nécessaire de tenir compte de la vitesse de fil (volume de matériau d'apport) dans le calcul de l'énergie.



*E - énergie linéique ; CMT - soudage Cold Metal Transfer ; CMT-P - Cold Metal Transfer Pulsé
Figure 3.15 : Position des points de dépôt sans fissuration et conditions favorables en termes chimiques et énergétiques ;

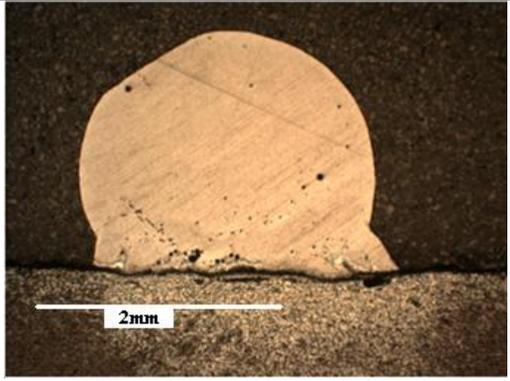
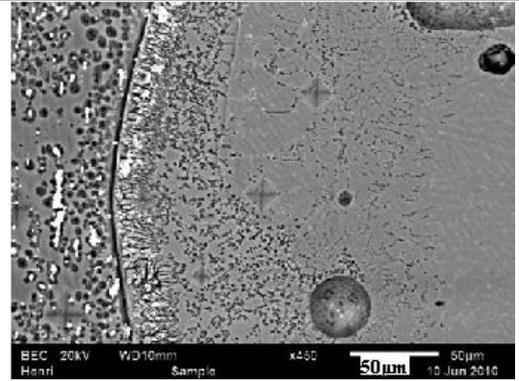
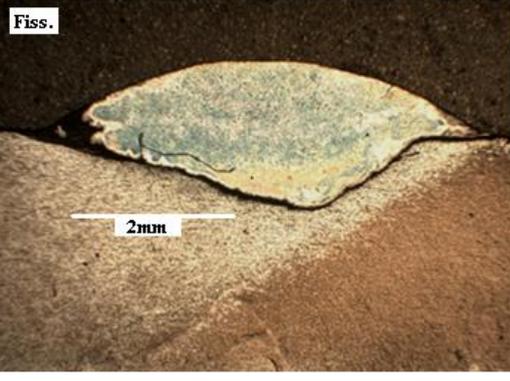
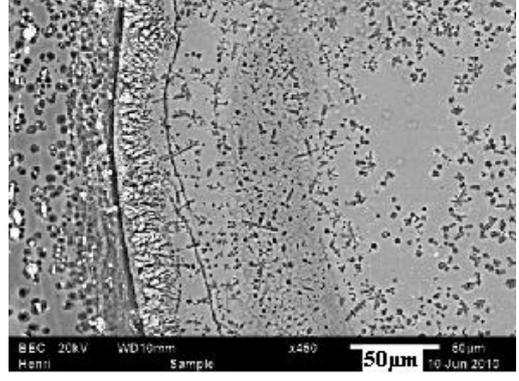
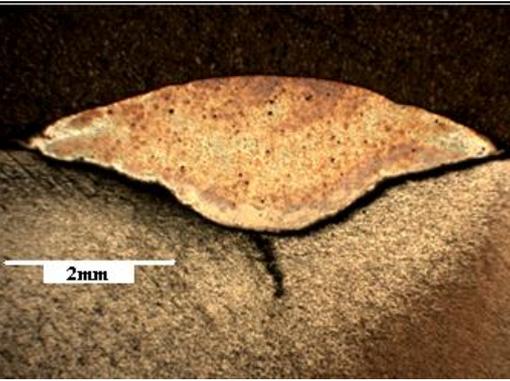
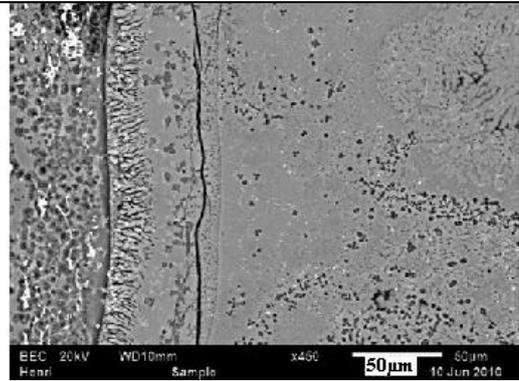
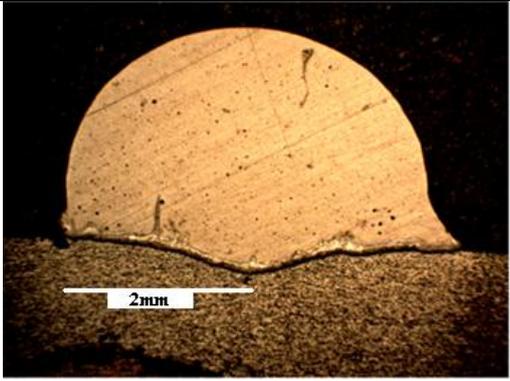
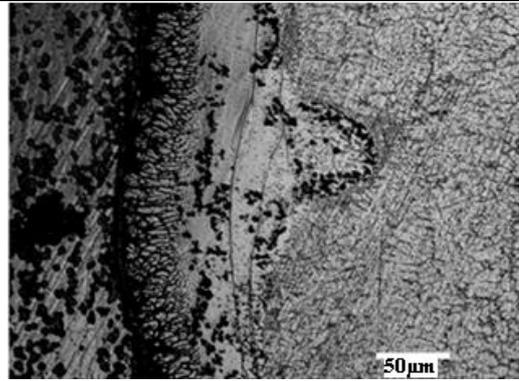
Le tableau 3.3 montre les 5 combinaisons des paramètres opératoires utilisés, pour une zone de programme exploratoire représentée en figure 3.16 (dépôts d'Al4043 sur RZ5 en soudage CMT).

Tableau 3.3 Paramètres opératoire des dépôts présentés dans les figures 3.16 et 3.17

| N° crt | N° essai | Vf (m/min) | Vs (m/min) | E (J/m) | Etat de dépôts |
|--------|----------|------------|------------|---------|----------------|
| a | 34 | 3 | 0,8 | 43222 | Sain |
| b | 37 | 6,1 | 2 | 45090 | Fissuration |
| c | 36 | 5,7 | 1,7 | 43482 | Fissuration |
| d | 33 | 2,3 | 0,5 | 61676 | Fissuration |
| e | 38 | 6,1 | 2,3 | 36626 | Détaché |

Nous confirmons que la dilution globale des cordons n'est pas déterminante pour la fissuration. Pour exemple, le tableau 3.4 présente l'aspect macrographique et les micrographies d'interface pour les dépôts d'Al4043 sur RZ5 (couple de matériaux qui montre généralement une meilleure aptitude au soudage). Aucune corrélation n'est faite entre la dilution globale et la fissuration qui est présente sur toutes les interfaces discutées. En revanche la dilution locale, au niveau de l'interface, est significative. Elle dépend notamment des mouvements de convection et des temps de maintien en température. La différence est faite par le volume de matière fondue directement lié à la vitesse de fil (tableau 3.3) et de façon implicite par la cinétique thermique. Cela tend à montrer qu'un faible volume liquide entretenu avec le minimum d'énergie serait favorable pour éviter la fissuration (a). Dans le cas d'une énergie trop réduite (Vs plus grande), les cordons se détachent car il n'y a pas assez d'énergie pour fondre un minimum de substrat ou assurer un volume de substrat fondu suffisant pour que la liaison soit uniforme (e). Dans le cas d'une grande énergie linéique, même si la dilution globale est minimale, la fissuration peut se produire (d). On suppose que la vitesse de solidification et l'énergie agissent de pair sur la fissuration.

Tableau 3.4: Macrographies et micrographies pour le couple Al4043 / RZ5 en soudage CMT

| N° crt | N° essai | Macrographies des dépôts | Micrographies d'interface |
|--------|----------|--|---|
| a | 34 |  <p>2mm</p> |  <p>BEC 20kV WD10mm Sample x450 50µm 60µm 10 Jun 2016</p> |
| b | 37 |  <p>Fiss.</p> <p>2mm</p> |  <p>BEC 20kV WD10mm Sample x450 50µm 60µm 10 Jun 2016</p> |
| c | 36 |  <p>2mm</p> |  <p>BEC 20kV WD10mm Sample x450 50µm 60µm 10 Jun 2016</p> |
| d | 33 |  <p>2mm</p> |  <p>50µm</p> |
| e | 38 | Dépôt détaché | |

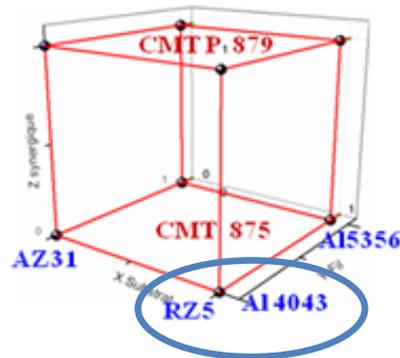


Figure 3.16 : Zone dans PE pour les dépôts d'Al4043 sur RZ5 en soudage CMT

Pour la combinaison Al4047/RZ5/CMT, les cordons (figure 3.16) présentent des interfaces minces (<50µm) et sans avoir globalement des grandes variations (positions a-d du tableau 3.4). Ce n'est que les fluctuations locales de ces interfaces qui peuvent être dangereuses, conduisant à la fissuration. Nous avons donc poursuivi une comparaison des zones d'interface. Il ressort de ceci, que la vitesse d'avance du fil est à corrélérer avec l'énergie linéique qui doit être minimale. Pour l'assemblage sain (a), le rapport de corrélation E / Vf se situe dans la moyenne de la plage discutée (tableau 3.5 – pour le couple paramétrique et dans le PE présenté antérieurement). Cela veut dire qu'un surplus (b, c) ou un manque (d, e) de matière apporté par la vitesse de fil, (rapportée à l'énergie linéique) conduisent à la fissuration d'interface. Cela signifie que l'énergie linéique (E) est déterminante, uniquement en association avec les autres facteurs (interactions avec Vf). Le rapport entre l'énergie linéique et le débit de matériau déposé (E/Vf) présente (pour le trio matériau de base / matériau de fil d'apport / mode de soudage fixés) des valeurs optimales (tableau 3.4a et tableau 3.5a). Des valeurs trop petites (b, c, e tableau 3.5) ou trop grandes (d tableau 3.5) de ce rapport, conduisent généralement à l'apparition des fissures.

Tableau 3.5 L'énergie linéique rapportée au débit de matériau d'apport (Vf)

| N° crt | N° essai | E (kJ/m) | E / Vf (J·s·m ⁻²) |
|--------|----------|----------|-------------------------------|
| a | 34 | 43,222 | 864519 |
| b | 37 | 45,090 | 443543 |
| c | 36 | 43,482 | 457745 |
| d | 33 | 61,676 | 1611676 |
| e | 38 | 36,626 | 360285 |

Pour les couples opératoires favorables (dépôts sains Vf/Vs -figure 3.15), la fissuration ne dépend pas directement du niveau de pénétration. Des dépôts sans fissuration ont été obtenus pour des niveaux de pénétrations très différents pour les deux modes synergique CMT et CMT-P (figure 3.17).

Dans le cas du couple de matériau de base / matériau de fil RZ5 / Al4043 il a été possible de réaliser des dépôts pour les deux modes opératoires (CMT et CMT - P), avec les cinq couples Vs/Vf utilisés dans l'expérimentation. Alors, ce couple de matériaux représente un optimum parmi les quatre couples testés. Le domaine paramétrique qui permet d'avoir des dépôts sains pour le couple de matériaux Al4043/RZ5, représente une zone stable d'assemblage si la condition d'influence chimique est respectée. Pour le même couple paramétrique, des dépôts sans fissuration en CMT et CMT-P (figure 3.17) ont été obtenus.

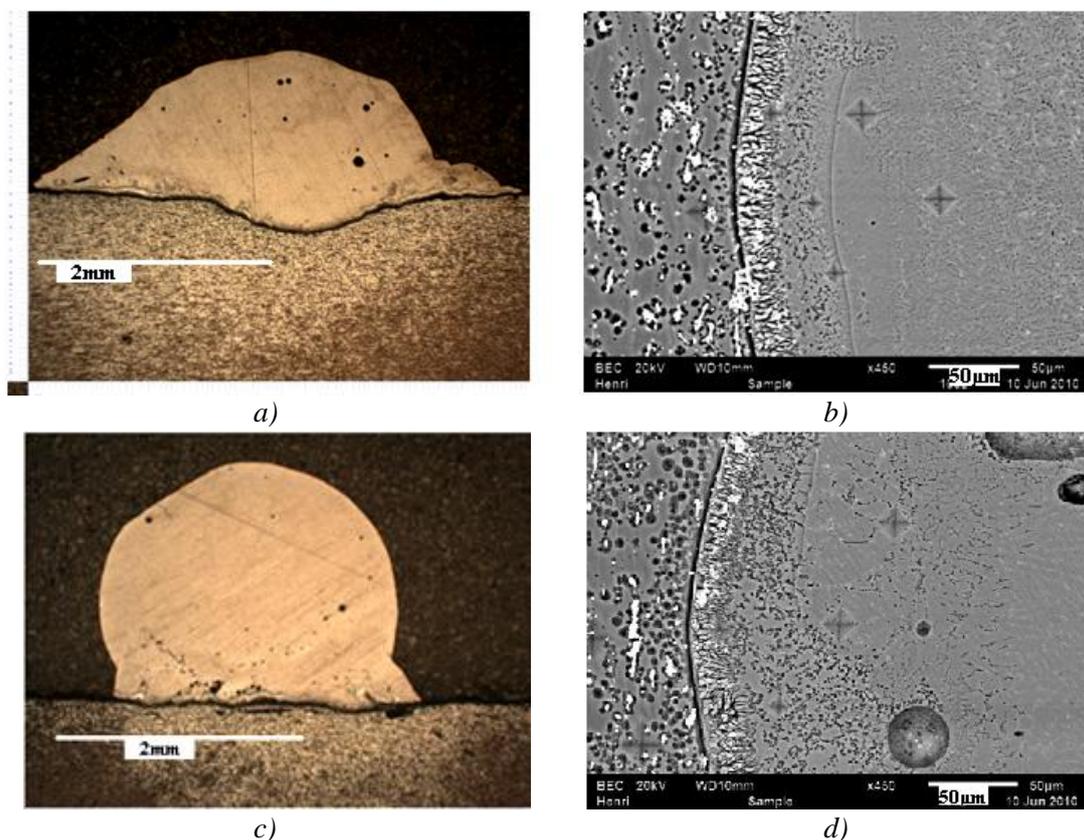


Figure 3.17 : Macrographie de dépôt et micrographie d'interface pour le couple Al4043/RZ5, en soudage CMT-P (a, b) et CMT (c,d) (PO : Vf=3 m/min, Vs=0,8 m/min)

3.4.3. Facteurs d'influence thermique

Concernant le comportement thermo-physique des matériaux mis en jeu (figure 3.18), il semble préférable de retenir une combinaison qui va réduire les contraintes de traction à la solidification. En ce sens, le substrat en RZ5 semble favorable, quel que soit l'apport retenu.

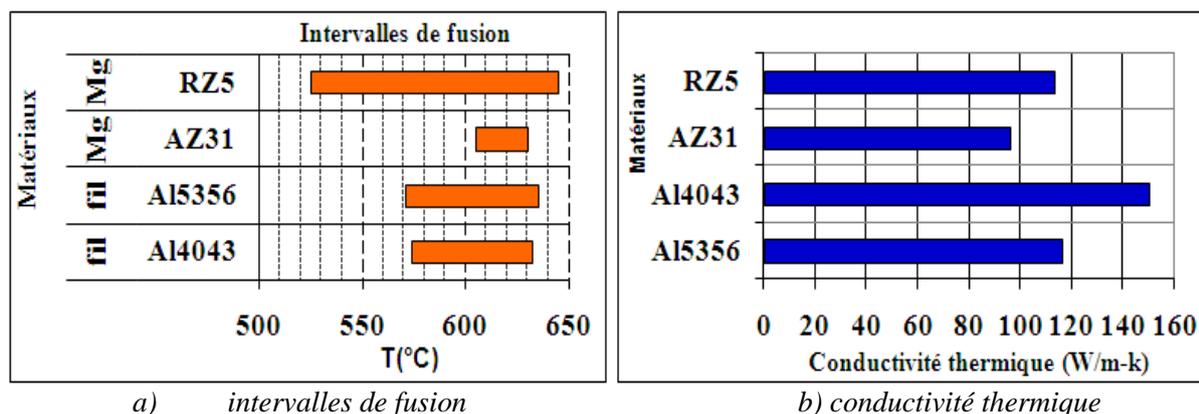


Figure 3.18 : Propriétés thermo-physiques des fils d'apport et des substrats

Un autre élément peut également jouer, mais avec une moindre importance. Il s'agit de la conductivité thermique du fil d'apport en Al4043 ($150 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) relativement à celle du fil d'Al5356 ($116 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$). Les dépôts avec fil d'Al4043 ont une meilleure mouillabilité, se solidifient et se refroidissent plus vite (conductivité thermique plus élevée) entraînant un temps plus court de développement de la couche d'interface et de composés intermétalliques.

Des acquisitions avec une caméra infrarouge (IR) ont été faites, sur la face arrière (graphitée) des plaques de substrat, pendant le soudage. Dans l'analyse des courbes de températures, nous avons remarqué un niveau plus bas de la température maximale dans le cas d'un substrat RZ5 (figure 3.19), même si le dépôt mentionné a une pénétration minimale

(figure 3.20) par rapport à un dépôt sur un substrat en AZ31 (paramètres opératoires similaires : fil d'Al4043, CMT, $V_s=800$ mm/min, $V_f=3000$ mm/min).

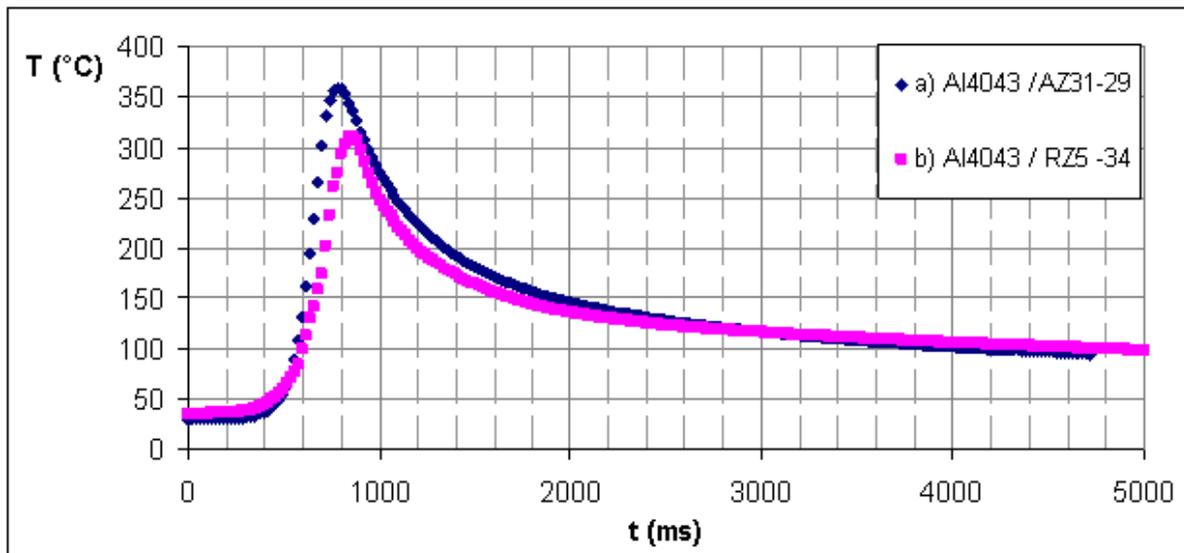


Figure 3.19 : Evolution de la température en face arrière du substrat de magnésium en soudage CMT avec $V_s=800$ mm/min, $V_f=3000$ mm/min

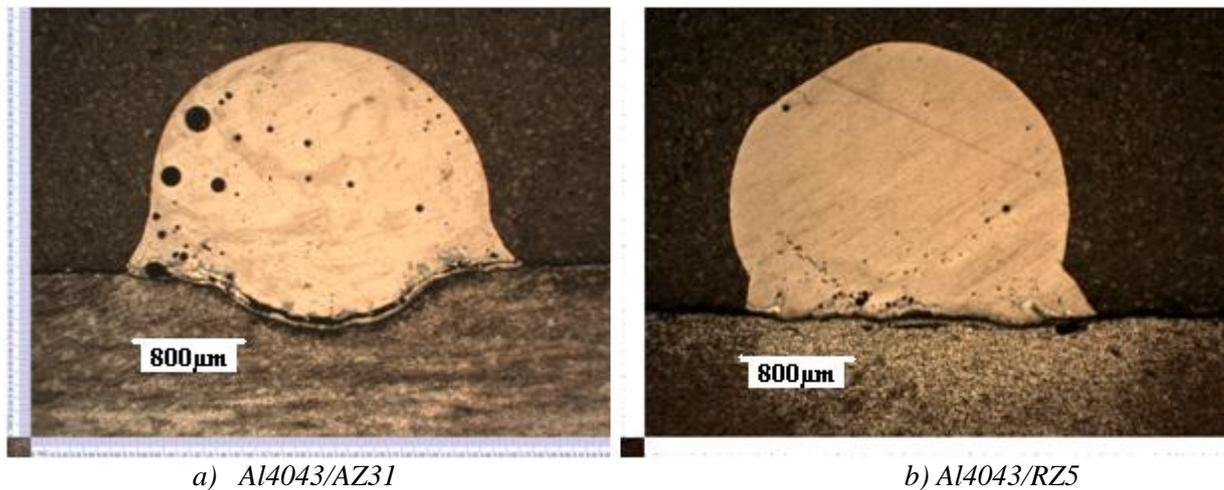


Figure 3.20 : Macrographie de dépôts pour le couple en soudage CMT, $V_s=800$ mm/min, $V_f=3000$ mm/min

3.5. Conclusion

Ainsi, le couple de matériaux Al4043 et l'alliage de magnésium RZ5, permet d'obtenir avec succès des dépôts. Ce couple montre systématiquement une bonne soudabilité, en soudage CMT et CMT-P (pulsé) pour une énergie linéique comprise entre 43 et 61 kJ/m.

Pour les dépôts fissurés / cassés, la couche intermétallique est la principale responsable de l'échec des assemblages. Elle est fortement influencée par :

- la composition chimique (élément d'alliage) du substrat,
- son épaisseur,
- son comportement à la fissuration et à la porosité.

Le Zr et le Ce qui entrent dans la composition de RZ5 favorisent une meilleure soudabilité de ces alliages. Pour les assemblages sans fissuration, les duretés montrent qu'une interface plus large et plus dure (présence de Al_3Mg_2 et $Al_{12}Mg_{17}$) se forme en utilisant des substrats

de AZ31 et s'accompagne d'un fort taux de porosité qui contribue à l'échec des assemblages. Avec l'analyse EDS et en concordance avec le diagramme binaire Al-Mg, nous avons montré l'existence des composés intermétalliques à l'interface dissimilaire, entre le bain fondu et substrat.

Si on regarde les cordons qui ne sont pas fissurés et qui ont une bonne aptitude au soudage, on remarque :

- une dimension réduite de la couche d'interface (inférieure à 40 μm typiquement),
- un bon développement des dendrites de silicium dans la couche d'interface (le fil Al4043 est plus favorable que l'Al5356),
- la mise en jeu d'une énergie linéique minimale,
- que le couple (Al4043/RZ5) qui donne le meilleur résultat, contient dans le substrat du Zr et du Ce ainsi que du Si dans le fil d'apport. On considère que l'effet de ces éléments dans la zone fondue a une forte influence,
- des intervalles de fusion des matériaux antagonistes favorables à une diminution des contraintes de contraction.

Le niveau de dureté des différentes zones des cordons est comparable et ne dépend pas significativement de la nature de l'apport ou de l'épaisseur de la couche d'interface.

Les composés intermétalliques sont impossibles à éviter, mais leur proportion peut être contrôlée. Leur nature, et sans doute leur association joue un rôle fondamental dans le processus de fissuration. L'épaisseur de la couche intermétallique d'interface impacte la tendance à la fissuration et peut être réduite par les éléments d'alliages et ce dans une zone paramétrique de soudage optimale.

Pour minimiser la quantité de composés intermétalliques formés, les éléments de micro-alliage (Ce et Zr notamment) et les conditions thermiques sont déterminants. Cependant, une proportion réduite de composés intermétalliques et une dimension réduite de couche d'interface ne sont pas suffisantes pour éviter la fissuration, sans le contrôle des autres facteurs.

On suppose qu'un assemblage idéal Al-Mg doit présenter une dilution locale minimale, une convection maximale couplée à une énergie linéique minimale. Ces demandes sont contradictoires parce que, normalement, une convection maximale demande une énergie maximale, ce qui va donner une dilution locale maximale.

CHAPITRE 4 : RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX, DÉVELOPPEMENT DE PROCÉDÉS ET COMPRÉHENSION DES PHÉNOMÈNES ASSOCIÉ EN SOUDAGE LASER

4.1. Introduction

Comme dans le cas des assemblages par soudage CMT, une méthodologie de travail, démarrant avec des essais préliminaires, suivis par des essais exploratoires, a été mise en place. L'analyse préliminaire a comme but, pour un nombre raisonnable d'essais réalisés, d'une part d'investiguer un large domaine paramétrique et d'autre part, de localiser dans ce domaine des points de départ et des intervalles de variation des paramètres opératoires (des fenêtres technologiques) qui permet d'avoir des cordons exploitables pour une analyse plus poussée. Nous avons choisi une stratégie similaire à celle utilisée dans le cas du procédé CMT, qui envisage un dépôt d'un matériau d'apport sous forme de fil d'aluminium sur un substrat de magnésium et d'analyser les caractéristiques de la zone fondue et de l'interface entre la zone fondue et le métal de base.

L'analyse exploratoire (systématique) permettra de mettre en évidence les tendances de soudabilité (les effets des FI sur les FO et l'existence des éventuelles interactions entre les FI) et d'indiquer la direction à suivre vers un optimum. [CIC E - 07].

L'analyse exploratoire a été développée autour des meilleurs résultats obtenus suite aux essais préliminaires. La structure des plans d'expériences mise en place dans le cadre de cette étape de l'analyse exploratoire est de type PEC (plans d'expériences complets).

L'analyse préliminaire a été effectuée sur trois alliages de magnésium (RZ5, AZ31, AM60) et trois matériaux d'apport (deux à base d'aluminium [Al 4047 et Al5356] et un de Zinc [Zinal 4]), pour une plage de variation des paramètres opératoires présentés dans le tableau 4.1.

Tableau 4.1 Plages de variation des facteurs d'influence retenus pour l'analyse préliminaire

| P (kW) | Vs (m/min) | Vf (m/min) | Intensité fil chaud (A) | Diamètre du spot laser. (µm) | α° Soudage |
|---------|------------|------------|-------------------------|------------------------------|------------------------|
| 0,8 - 3 | 1 - 3 | 1 - 3 | 70 - 200 | 600 - 3000 | 30 - 90 |

α° = Angle de soudage ; angle de la tête laser par rapport à la tôle

Les neuf combinaisons possibles entre les trois types de matériaux de base et les trois catégories de fil utilisés, sont présentées dans la figure 4.1. Les essais qui ont été réalisés dans le cadre de l'analyse préliminaire, sont présentés dans l'annexe 2.

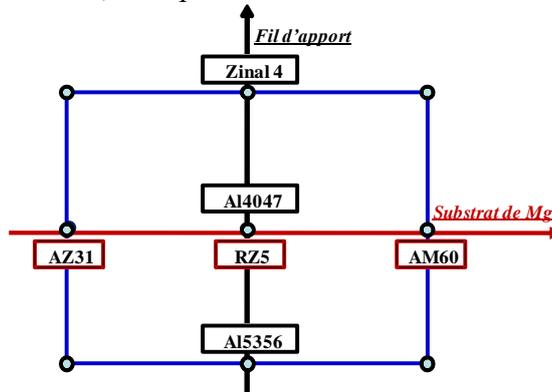


Figure 4.1 : Les combinaisons entre les matériaux de base et les fils d'apport

Après l'analyse des résultats préliminaires, nous avons décidé de renoncer à l'utilisation du fil de Zinal 4 et au substrat AM60. Le fil de Zinal 4 n'a pas permis d'avoir des dépôts exploitables pour l'analyse ultérieure sur les substrats en alliages de magnésium présentés. Le substrat AM60 a montré de grands problèmes de porosité et de fissuration des dépôts (figure 4.2). L'alliage AM60 est un alliage de fonderie présentant une mauvaise compacité. Une

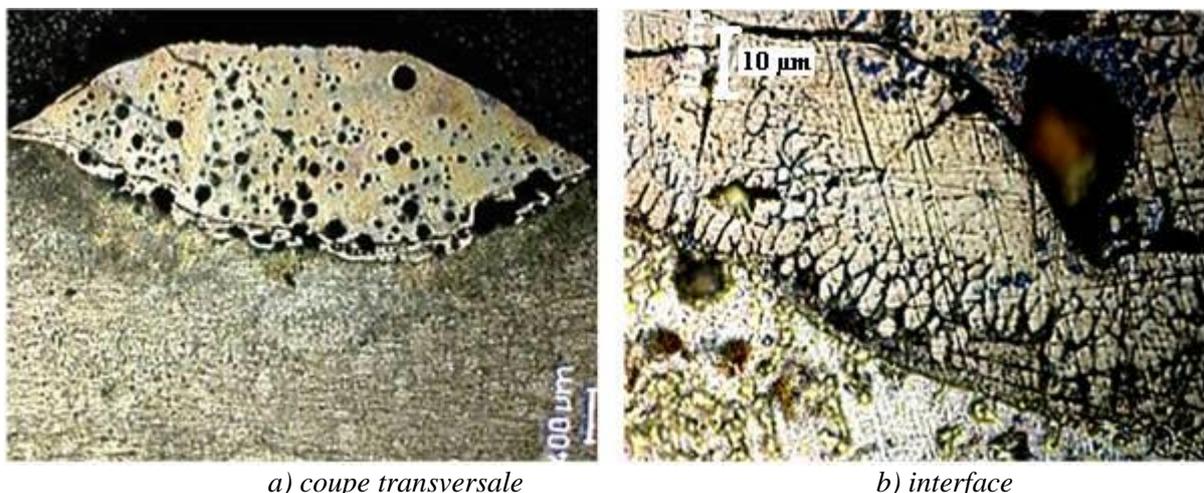
réaction exothermique se produit lors de la mise en œuvre du procédé (combustion partielle du magnésium liée aux oxydes présents en surface du substrat).

A la fin de l'analyse globale des résultats des essais préliminaires, les paramètres opératoires retenus pour le point central de l'analyse exploratoire sont :

- $P = 2 \text{ kW}$;
- $V_s = 2 \text{ m.min}^{-1}$;
- $V_f = 2 \text{ m.min}^{-1}$;
- $I = 150 \text{ A}$ (cas du fil chaud) ;
- $\varnothing = 3 \text{ mm}$, angle de la tête laser = 10° (pour éviter la rétro réflexion du faisceau laser) ;
- $\alpha^\circ = 90^\circ$ (angle de tête laser par rapport à la tôle - perpendiculaire à la surface).

Cette combinaison paramétrique permet de réaliser des cordons pour les couples de matériaux (fil / substrat) : Al4047 / RZ5 ; Al4047 / AZ31 ; Al5356 / RZ5 ; Al5356/AZ31.

Enfin, l'analyse des essais préliminaires a conduit vers l'idée qu'il serait intéressant et bénéfique de remplacer le fil d'apport Al4047 (avec 12% Si) par le fil Al4043 (avec 5% Si) afin de limiter les composés ternaires d'Al-Mg-Si et les grandes quantités de Mg_2Si , tout en gardant les effets favorables du Si pour le soudage des alliages d'aluminium.



a) coupe transversale *b) interface*
Figure 4.2 : Macrographie d'un dépôt de 4047 sur AM60 ($P=2,5\text{KW}$; $V_s=1 \text{ m/min}$; $V_{fil}=1,5 \text{ m/min}$; $\varnothing_{spot}=2\text{mm}$)

4.2. Analyse exploratoire - programme expérimental

Les facteurs d'influence ont été choisis (figure 4.3) en rapport avec les objectifs d'analyse qui sont similaires à ceux choisis lors de l'analyse des dépôts CMT. On s'intéresse à :

- l'influence de la nature de l'alliage du substrat (deux niveaux) : RZ5 et AZ31 ;
- l'influence de la nature de l'alliage du fil d'apport (deux niveaux) : Al 5356 et Al 4043 ;
- l'influence énergétique par le chauffage du fil d'apport (deux niveaux) : fil chaud et fil froid.

Le plan d'expérience mis en place est de type PEC 2^3 (plan d'expérience complet pour l'étude des trois facteurs d'influence, chacun avec deux niveaux) et il implique la réalisation de 8 combinaisons possibles (fig. 4.3). La structure choisie pour le programme exploratoire permettra de comparer les dépôts et de mettre en évidence les tendances de l'influence des facteurs reliant l'influence de la composition chimique avec des aspects énergétiques. Cela permettra également de réaliser des comparaisons entre les sources d'énergies laser et CMT.

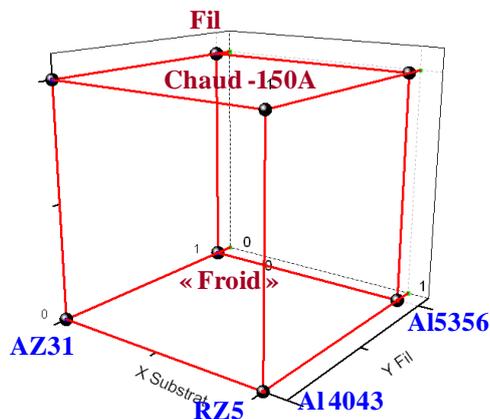


Figure 4.3: Positions des combinaisons possibles entre les niveaux des FI : substrat, fil d'apport, chauffage du fil (fil froid, fil chaud)

Les autres facteurs d'influence, impliquant les paramètres opératoires analysés et leurs niveaux, ont été précisés ci-dessous (tableau 4.2), leurs choix étant déterminé, d'une part, par les résultats mis en évidence par des études réalisées antérieurement [Cic E – 05b, Pad D – 10, Cao X – 06] et d'autre part, par les résultats obtenus dans notre étude préliminaire.

Tableau 4.2 Synthèse des niveaux des facteurs d'influence utilisés pour les essais exploratoires (CP, P'-puissance, Vs-vitesse de soudage, Vf- vitesse d'avance du fil d'apport)

| CP (couple paramétrique) | Facteurs et niveaux fixés | | |
|-----------------------------|---------------------------|---------------|---------------|
| | P (kW) | Vs (m/min) | Vf (m/min) |
| 1 | 2 | 2 | 2 |
| 2 | 2 | 1,5 | 1,5 |
| 3 | 2 | 1,5 | 2,5 |
| 4 | 2 | 2,5 | 2,5 |
| 5 | 2 | 2,5 | 1,5 |
| 6 | 2,5 | 1,5 | 1,5 |
| 7 | 2,5 | 1,5 | 2,5 |
| 8 | 2,5 | 2,5 | 2,5 |
| 9 | 2,5 | 2,5 | 1,5 |

La stratégie expérimentale retenue pour la réalisation d'une exploration systématique de l'espace factoriel (autour du point central), tout en réalisant un nombre raisonnable d'essais, a été la suivante :

- de réaliser pour le couple RZ5/Al 4043 (qui a eu le meilleur comportement pendant les essais préliminaires, mais aussi dans le cadre de l'étude par CMT), un total de 9 combinaisons, en modifiant d'une manière programmée (fig. 4.4 et tableau 4.2) autour du point central choisi pour l'analyse exploratoire, les paramètres opératoires : vitesse de soudage (Vs) ; vitesse d'avance du fil d'apport (Vf) et puissance laser (P). L'expérimentation est mise en place sur deux niveaux : en « fil froid » et en « fil chaud ». Cela conduit à un total de 18 essais ;
- pour les trois autres couples "matériau de base / fil d'apport", de réaliser les essais seulement avec les combinaisons paramétriques Vs-Vf-P qui ont fourni des résultats exploitables (qui permet d'avoir un dépôt) pour le couple RZ5 / Al4043 en fil froid et en fil chaud ;
- les essais réalisés seront complétés par des essais de reproductibilité des résultats.

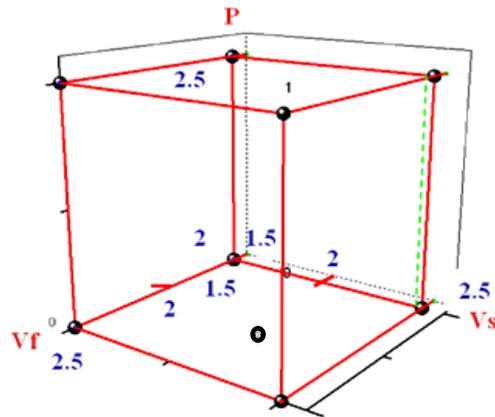


Figure 4.4 : Distribution des niveaux des facteurs d'influence opératoires :
Puissance laser (P) ; vitesse de soudage (Vs) ; Vitesse de fil (Vf).

En suivant la stratégie expérimentale présentée ci-dessus, nous avons débuté le programme d'analyse exploratoire avec le couple Al4043 / RZ5. Les différentes combinaisons du programme expérimental (figure 4.5 et tableau 4.2) ont été réalisées dans un premier temps en fil froid, puis en fil chaud dans un second temps. Les combinaisons paramétriques qui nous ont permis d'obtenir des cordons sans fissuration sont mises en évidence dans la figure 4.5.

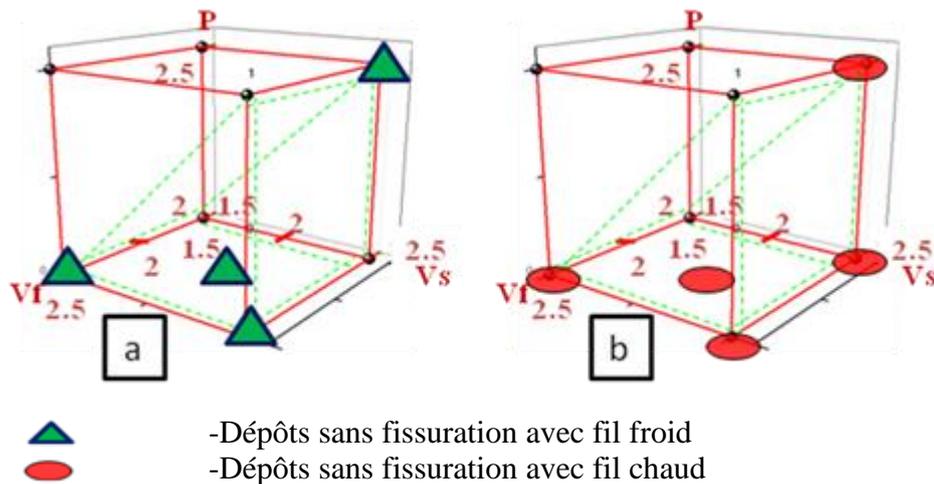


Figure 4.5 : Analyse systématique sur le couple Al4043 / RZ5 : a) Dépôts sans fissuration en fil froid ; b) Dépôts sans fissuration en fil chaud.

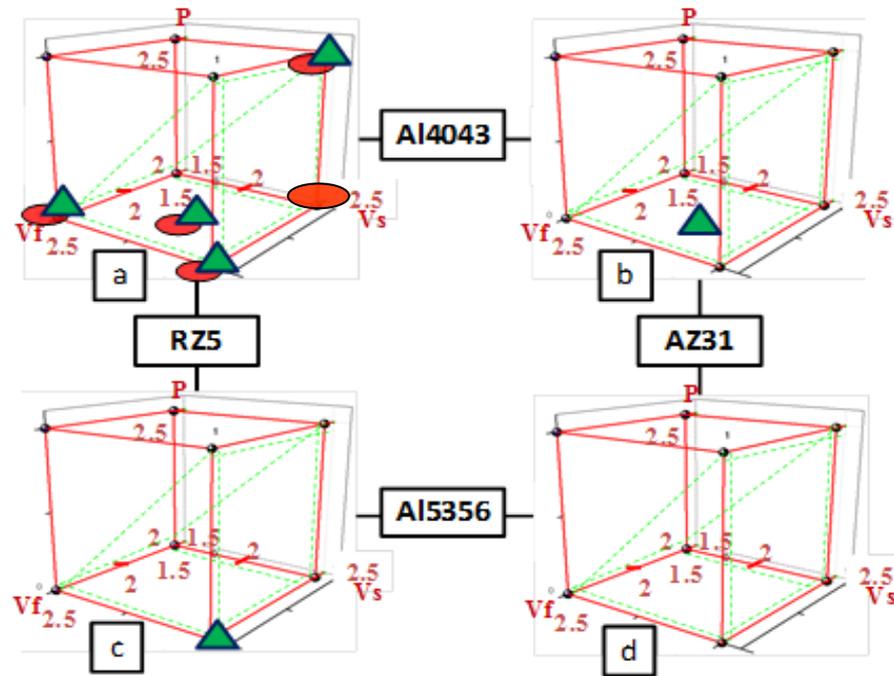
Les essais pour les trois autres couples matériau de base / fil d'apport (Al4043 / AZ31, Al5356 / RZ5, Al5356 / AZ31) ont été réalisés sur les sommets des zones pointillées présentées dans la figure 4.5 (zones qui permet d'avoir un dépôt).

4.3. Analyse des résultats des dépôts laser

4.3.1. Influence de la composition chimique

La figure 4.6 montre l'effet majeur des couples de matériaux sur les résultats obtenus. L'analyse s'est portée sur les influences du substrat, de la nature du fil d'apport et de l'effet du chauffage du fil d'apport pour chaque couple de matériaux, en fonction des paramètres opératoires.

Lorsque l'on s'éloigne de la zone explorée, soit les cordons se détachent pendant ou après la phase de soudage, soit les cordons sont très fragiles.



 -Dépôts sans fissuration en laser « fil froid »
 -Dépôts sans fissuration en laser fil chaud

Figure 4.6 : Synthèse des résultats des dépôts pour les couples étudiés en fil chaud et fil froid :
 a) Al4043 - RZ5 ; b) Al4043 - AZ31 ; c) Al5356 - RZ5 ; d) Al5356 - AZ31.

De même que pour les essais laser préliminaires, (mais aussi pour les dépôts élaborés avec la technologie CMT), il apparaît que les meilleurs résultats ont été obtenus pour le couple Al4043 - RZ5 (figure 4.6a). Pour les cordons réalisés avec le fil Al5356, la possibilité d'obtenir des dépôts sans fissuration est très faible. Les changements de substrats et de fils d'apport montrent l'influence radicale de la composition chimique sur le résultat. Cette influence est notamment visible sur la figure 4.7 et prouve toute l'importance du couple matériau d'apport et substrat, par rapport aux éléments chimiques d'addition pour chacun. Les dépôts (figure 4.7) sont élaborés avec les mêmes conditions opératoires que celles présentées dans le tableau 4.3.

Tableau 4.3 Principaux paramètres opératoires utilisés pour les dépôts dans figure 4.7

| P (kW) | Vs (m/min) | Vf (m/min) | Fil chaud |
|--------|------------|------------|---------------|
| 2 | 2,5 | 2,5 | 150 A ; 1,5 V |

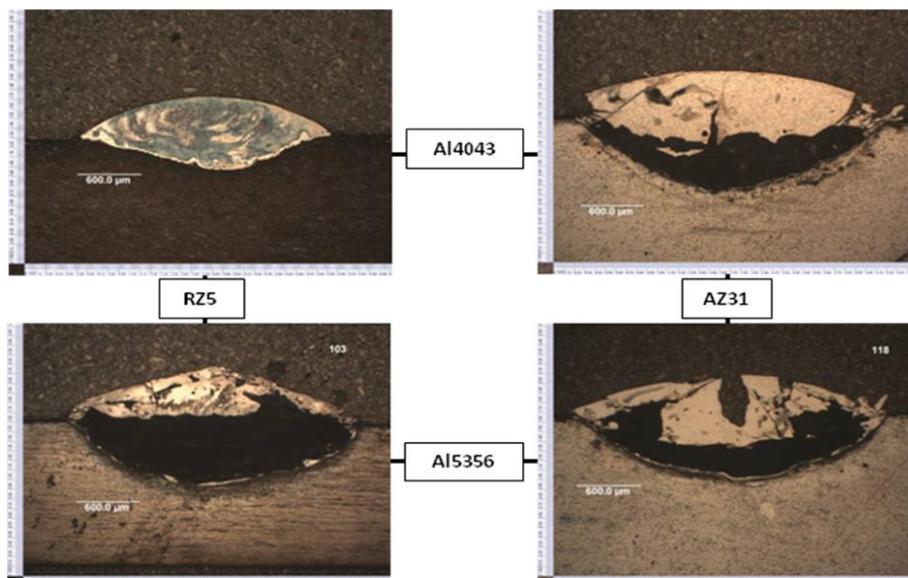


Figure 4.7 : Macrographies des cordons concernant l'influence du substrat et du fil d'apport

La différence marquante dans la composition chimique des substrats et des fils, est la présence des terres rares (Zr et Ce) dans la composition du substrat RZ5 et du Si dans le fil d'Al4043. La présence de ces éléments dans le bain fondu a été déterminée par analyse EDS (tableau 4.10). La présence de ces éléments modifie le comportement du bain et peuvent expliquer les meilleurs résultats obtenus avec le couple Al4043 / RZ5. Les effets métallurgiques de ces éléments d'alliage ont été discutés dans certains articles qui montrent que :

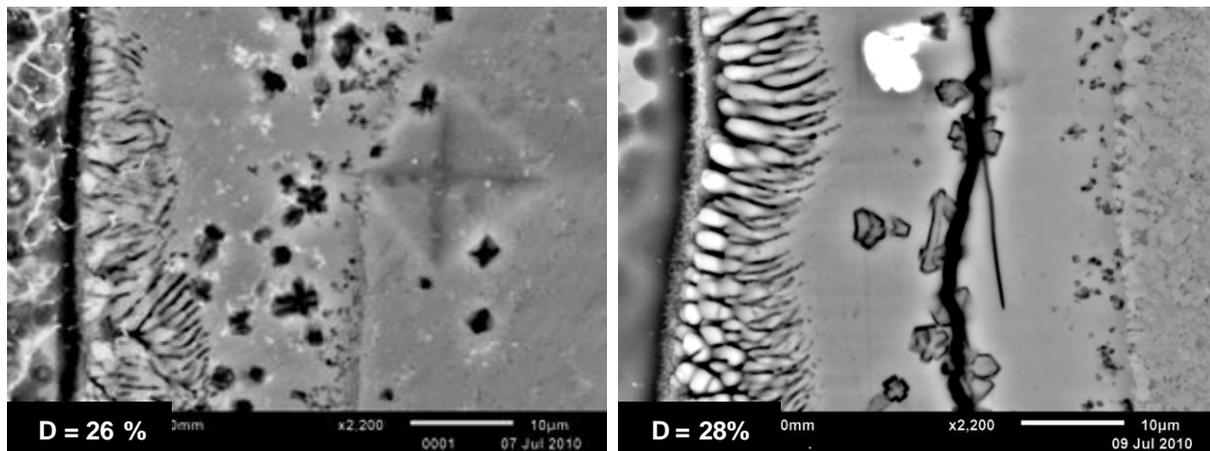
- Le zirconium peut agir sur la morphologie de la microstructure en tant que centre de cristallisation. Grâce à une enthalpie basse, il réagit avec l'aluminium avant le magnésium, en formant des composés stables Al-Zr. Il conduit à une fine précipitation, à l'amélioration des caractéristiques mécaniques de la soudure par l'inhibition de la recristallisation et à une augmentation de la ductilité [Min X - 06, Hom T - 10]. Dans le soudage dissimilaire des alliages d'aluminium et magnésium, la grande réactivité du Zr avec Al a été utilisée (grâce à une enthalpie de formation plus réduite pour la cristallisation d'Al-Zr par rapport à celle d'Al-Mg) pour limiter les réactions Al-Mg. Un contrôle des précipités d'Al-Mg peut être atteint par l'effet de nucléation primaire et préférentielle de l'aluminium autour des particules de zirconium. Une similarité de la structure cristalline entre Mg et Zr favorise les joints.
- Les effets bénéfiques de l'ajout de Ce, agissant comme une couche tampon à l'interface dissimilaire, ont été prouvés expérimentalement par L.M. Liu [Liu L - 06], mais les phénomènes n'ont pas été complètement compris. Cependant, Zheng Weichao [Wei Z - 06] présentent les effets malfaisants des terres rares dans le soudage des alliages de magnésium. L'augmentation de TR (terres rares) augmente les problèmes de corrosion [Bir N - 09] et de la fissuration à chaud, la microstructure devient plus grossière, la microstructure eutectique est réduite et le temps de mouillabilité des canaux inter-dendritique est plus court. L'oxydation du bain liquide peut être aussi augmentée avec l'augmentation de la teneur en terres rares.

Ainsi, la teneur en aluminium réactif, à basse température, diminue par nucléation autour des particules de Zr et par la formation des composés Al-Zr. Cet appauvrissement local est favorable pour limiter la formation de composés nocifs de type Al-Mg. Le Cérium, quant à lui, réagit aussi comme centre de nucléation.

- Enfin, le Silicium favorise la croissance de la fraction liquide en zone critique ainsi qu'une plus grande quantité d'eutectique. Une fraction plus importante de liquide conduit à une couche liquide inter granulaire plus importante et la microstructure résiste mieux aux contractions de solidification. Dans quelques cas, des effets de modification de la dilatation thermique peuvent se présenter, par formation des composés Mg_2Si , qui ont un coefficient de dilatation thermique réduit ($7,5 \times 10^{-6} \text{ kgm}^{-3}$) et un module d'élasticité élevé (120GPa). [Yan F - 11] Ces effets sont favorables en termes de contraintes, mais une structure grossière de Mg_2Si peut conduire à une faible résistance. Aussi, avec l'augmentation de la teneur de Si, la température de solidus est abaissée, la quantité des constituants inter-dendritique est augmentée, résultant en la formation de différentes phases [Con N – 08a]. Une zone maximale de susceptibilité à la fissuration a été déterminée autour de Al- Mg_2Si pour un rapport Mg/Si=1,73%. Pour un rapport Mg/Si supérieur à 1,73, des composés intermétalliques comme l' Al_3Mg_2 sont aussi formés. [Con N – 08a]. Il peut également favoriser la fissuration autour des composés intermétalliques ternaires Al-Mg-Si. Alors, la meilleure soudabilité montrée par le fil Al4043 (comparativement avec Al5356) peut être favorisée par la teneur en Si, qui peut :
 - descendre la température de fusion, améliorer la mouillabilité et présenter des contractions réduites lors de la solidification ;

- augmenter la fraction liquide conduisant à un film de liquide résiduel plus épais dans la zone inter-granulaire montrant une meilleure résistance à la fissuration lors de la solidification [Plo V - 08] ;
- augmenter la fraction d'eutectique ;
- augmenter la stabilité dimensionnelle et diminuer les contraintes de solidification / refroidissement (par un abaissement de la dilatation thermique) ;
- améliorer la microstructure par un raffinage granulaire résultant une diminution des contraintes de solidification.

Pour les mêmes conditions énergétiques, le taux de dilution est plus faible pour le couple présentant le meilleur comportement (Al4043 / RZ5). Cependant, la dilution globale (notée "D") n'est pas un facteur déterminant sur la fissuration. Par exemple, en comparant les dépôts de Al4043 sur RZ5 et sur AZ31 (figure 4.8) avec des taux de dilution proches, le couple idéal reste Al4043 / RZ5. Il présente des interfaces saines dans un intervalle de dilution compris entre 25 et 45 %. Les essais de la figure 4.8 ont été réalisés avec les mêmes paramètres ($P=2\text{kW}$, $V_s=2,5\text{m/min}$, $V_f=2,5\text{m/min}$, « fil froid »). Ainsi, le taux de dilution présente une influence déterminante sur la fissuration en dehors du domaine de 20% précédemment défini ($D = 25 - 45\%$) et qui permet d'avoir des dépôts sains. Il ne faut pas perdre de vue que cet effet peut être en interaction avec d'autres facteurs d'influence.



a) Al4043 / RZ5, Dilution =26%

b) Al4043 / AZ31, Dilution=28%

Figure 4.8 : Microstructure d'interfaces : $P=2\text{kW}$, $V_s=2,5\text{m/min}$, $V_f=2,5\text{m/min}$, « fil froid »

4.3.2. Influence des conditions énergétiques

Concernant le comportement thermo-physique des matériaux présentant la meilleure compatibilité, les éléments importants semblent être la grande différence entre les températures de solide (525°C) et de liquide (645°C) du RZ5 et la grande conductibilité thermique du fil d'apport ($150\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$). Normalement, les alliages avec un grand intervalle de fusion/solidification, ont une prédisposition à l'augmentation des contraintes, conduisant à des problèmes lors du soudage, mais les alliages d'aluminium et de magnésium constituent une exception. [Con N – 08b, Cro C - 11] De l'autre côté, les taux rapides de déformation facilite le dépassement de la limite de ductilité. L'alliage RZ5 peut manifester une solidification graduelle et une ductilité plus élevée de semi solide par son intervalle de fusion, plus important par rapport au substrat de AZ31 ($605\text{-}630^\circ\text{C}$).

La disposition dans le plan d'expériences des essais des tableaux 4.4 et 4.5 est présentée dans la figure 4.9.

Comme vu dans l'analyse systématique, le couple de matériaux RZ5/Al4043 en fil chaud donne les meilleurs résultats (dépôts non fissurés), avec une meilleure homogénéité de la zone fondue et une meilleure stabilité. Pour le domaine expérimental exploré par un PEC2³ (plan d'expériences complet avec 3 FI, chacun avec deux niveaux) et les FI : P, V_s , V_f , la disposition des points expérimentaux est présentée dans le tableau 4.4 et dans la figure 4.9.

L'analyse des résultats obtenus nous permet de faire les observations suivantes :

- pour une vitesse de soudage élevée ($V_s = 2,5\text{m/min}$), on constate que : avec une puissance laser réduite ($P = 2\text{kW}$), le dépôt ne fissure pas ni pour une vitesse de fil fable ($V_f = 1,5\text{m/min}$), ni élevée ($V_f = 2,5\text{ m/min}$) ; tandis que pour une puissance laser élevée ($2,5\text{ kW}$), le dépôt pour $V_f = 1,5\text{ m/min}$ (b) ne fissure pas, mais le dépôt à $V_f = 2,5\text{ m/min}$ est fissuré (a) ; cela montre qu'entre les facteurs P et V_f , il existe une interaction (l'effet de la puissance sur la fissuration dépend du niveau sur lequel se situe V_f) ;
- pour le niveau bas de la puissance laser (2 kW), on constate que : pour le niveau haut de la vitesse de soudage ($2,5\text{ m/min}$), on n'a pas de dépôts fissurés quel que soit la vitesse de soudage, tandis que si la vitesse de soudage baisse ($V_s = 1,5\text{ m/min}$), le dépôt pour $V_f = 2,5\text{ m/min}$ (e) ne fissure pas, mais le dépôt pour $V_f = 1,5\text{ m/min}$ est fissuré (c) ; cela montre qu'entre les facteurs V_s et V_f , il existe aussi une interaction (l'effet de V_f sur la fissuration est influencé par le niveau sur lequel se situe V_s).
- parmi les 8 essais du plan, les meilleurs résultats ont été obtenus pour des valeurs réduites de la puissance laser (2 kW). Dans ces conditions, la meilleure combinaison des niveaux des facteurs pour obtenir des dépôts sans fissures, semble celle avec V_s élevée et V_f élevée (f), qui permet, d'une part, d'obtenir des cordons sans fissures et qui, d'autre part, se situe dans une zone stable du point de vue des performances obtenues, car entourée (dans l'espace V_s , V_f et pour $P = 2\text{kW}$) par des dépôts qui ne sont pas fissurés (d, e).

Tableau 4.4 Conditions opératoires et résultats pour le couple des matériaux Al4043 / RZ5

| N°ordre | N° essai | | Paramètres opératoires | | | Energie linéique E_l (10^3 J/m) | | Dilution (%) | |
|---------|----------|----|------------------------|------------------|------------------|---|--------|-----------------|----|
| | FF | FC | P (kW) | V_s (m/min) | V_f (m/min) | FF | FC | FF | FC |
| | | | | | | | | FF | FC |
| a | 76 | 77 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 60 | 60,225 | 34 | 35 |
| b | 69 | 70 | 2,5 | 2,5 | 1,5 | 60 | 60,225 | 46 | 45 |
| c | 79 | 78 | 2 | 1,5 | 1,5 | 80 | 80,225 | 28 | 34 |
| d | 68 | 67 | 2 | 2,5 | 1,5 | 48 | 48,225 | 33 | 35 |
| e | 80 | 81 | 2 | 1,5 | 2,5 | 80 | 80,225 | 26 | 36 |
| f | 88 | 89 | 2 | 2,5 | 2,5 | 48 | 48,225 | 25 | 32 |

* E_l : l'énergie linéique; FF : « fil froid »; FC : fil chaud ($I = 150\text{ A}$) ;

Pour le niveau haut de puissance laser ($2,5\text{ kW}$), la dilution ne change pas avec l'utilisation du fil chaud (dépôts a et b), contrairement à une puissance réduite (2 kW - c,d,e,f) où D augmente de 10%.

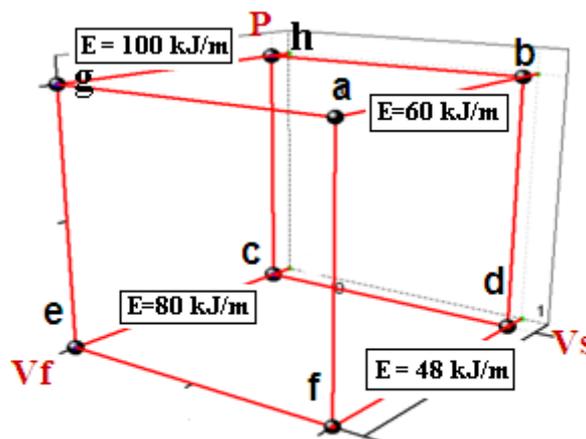
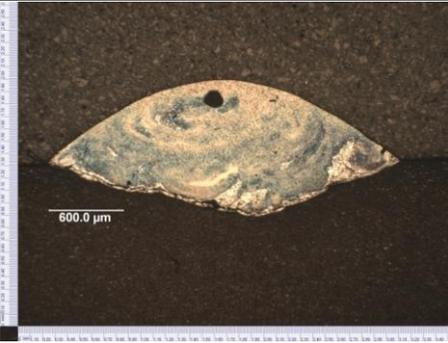
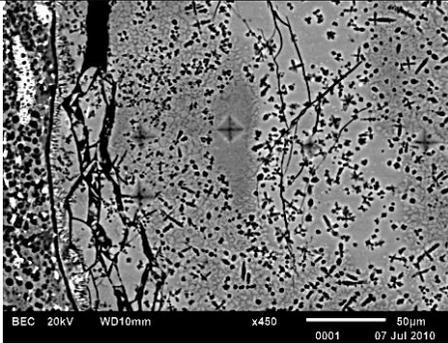
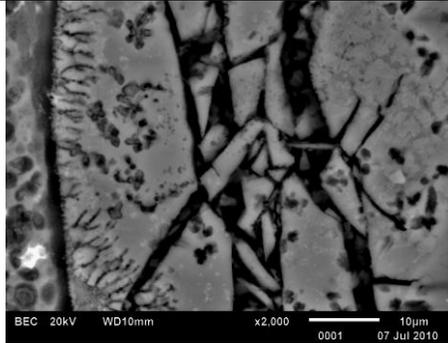
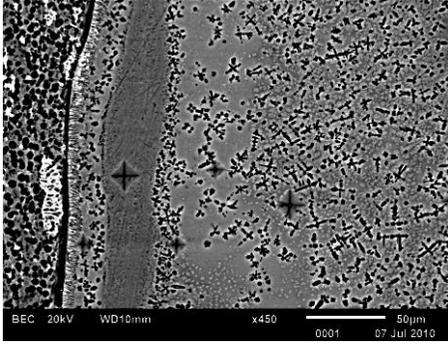
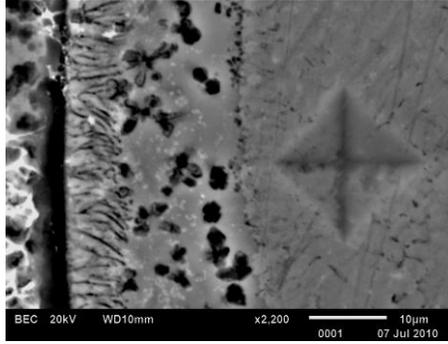
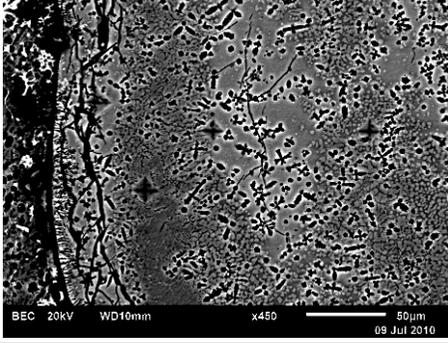
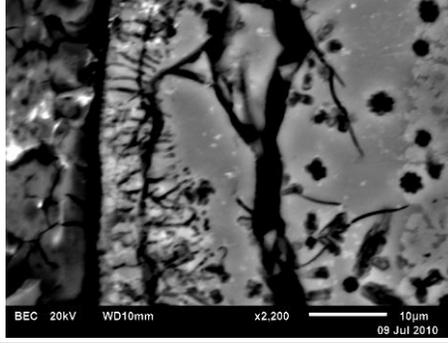


Figure 4.9 : Positionnement des essais sur la matrice programme

| N° crt | N° essai | Macrographie | Micrographie de la zone du bas de dépôt | Micrographie d'interface | Obs. | |
|--------|----------|---|--|---|---------------------------|------------------------------|
| | | | | | Fissuration | Homogénéité |
| a | 77 |  |  |  | A l'interface et en dépôt | Faible Avec des porosités |
| b | 70 |  |  |  | Non | Grand îlots |
| c | 78 |  |  |  | A l'interface et en dépôt | Faible |

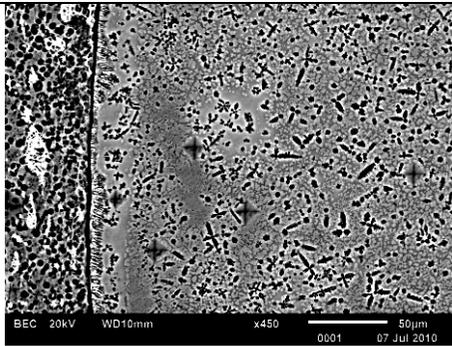
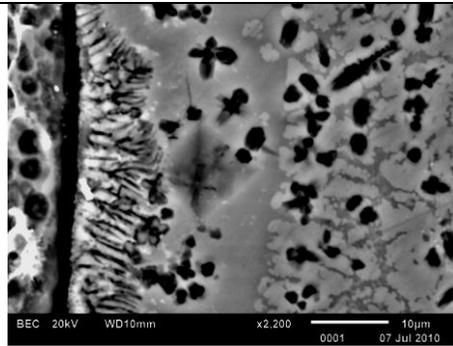
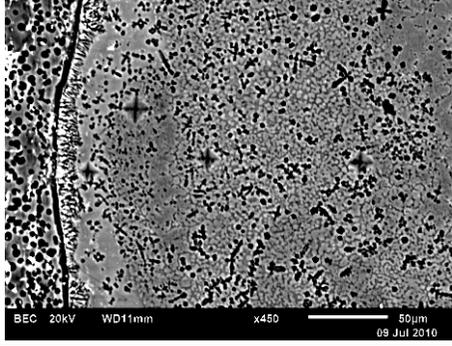
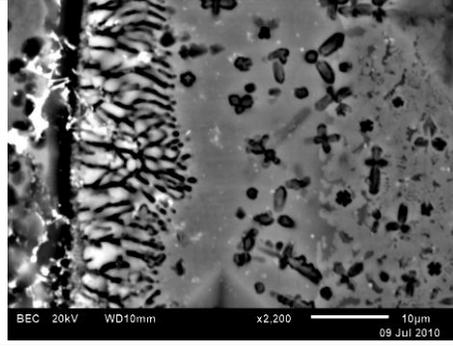
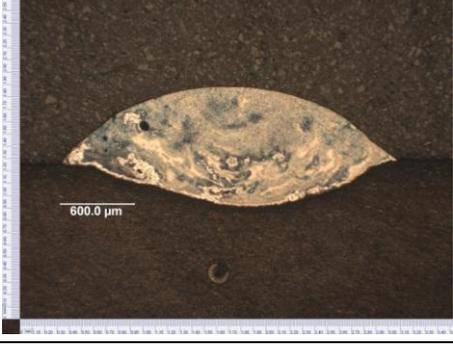
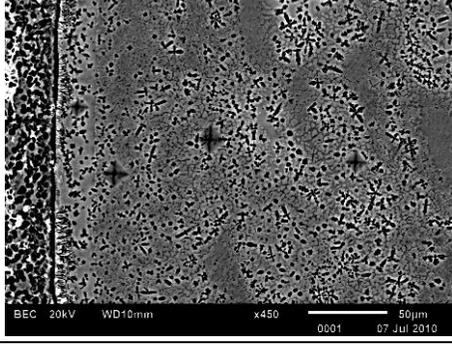
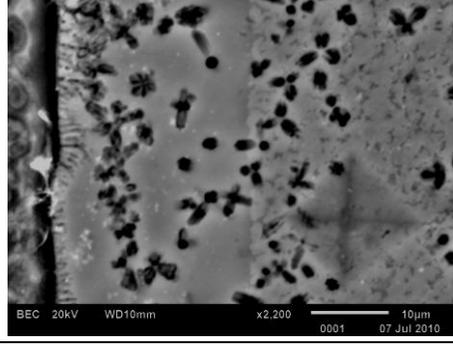
| | | | | | | |
|---|----|--|---|--|-----|---|
| d | 67 |  |  |  | Non | Satisfaisante avec des petits îlots |
| e | 81 |  |  |  | Non | Îlots et porosité |
| f | 89 |  |  |  | Non | Satisfaisante |
| g | 38 | Cordon cassé | | | | |
| h | 34 | Cordon cassé | | | | |

Tableau 4.5 : Coupes transversales des dépôts pour le couple Al4043 / RZ5 en laser - fil chaud

Les caractéristiques globales (et en premier la fissuration) des dépôts peuvent être mises en relation avec un coefficient « E_1 / V_f », dans le sens où la fissuration peut être évitée avec un apport énergétique global minimal.

En regardant la relation de l'énergie linéique incidente laser (4.1), on observe que la vitesse de fil d'apport (V_f) et l'énergie de préchauffage de fil (P_{FC}) ne sont pas prises en compte. Dans ces conditions, on se propose d'utiliser pour l'analyse des résultats, un paramètre plus complexe, représenté par le coefficient E_1 / V_f (4.2), qui nous fournit des informations sur l'énergie linéique globale (laser et fil chaud) utilisée, tout en tenant compte aussi du débit de fil d'apport (V_f) pour réaliser le dépôt.

$$E_1 = P_L / V_s \quad (4.1)$$

On propose de calculer le coefficient de l'apport énergétique total (E_t) par la somme de l'énergie laser incidente avec l'énergie de préchauffage du fil rapportée au produit de la vitesse de soudage et de la vitesse de fil d'apport. La formule de calcul est :

$$E_t / V_f = (P_L / V_s + P_{FC} / V_s) / V_f = (P_L + P_{FC}) / (V_s \times V_f), [\text{Js/m}^2] \quad (4.2)$$

avec :

E_t / V_f : coefficient de l'apport énergétique total (l'énergie linéique totale rapporté à la vitesse de fil) ;

P_L : puissance laser ;

P_{FC} : puissance de préchauffage de fil = $I \cdot U = 150 \cdot 1,5 = 225 \text{ W}$;

V_s : vitesse de soudage ;

V_f : vitesse d'avance de fil d'apport.

Le coefficient énergétique (E_t/V_f) montre dans la zone expérimentale, des différences jusqu'à 3,5 fois, entre les zones extrêmes et la tendance à fissuration pour des niveaux élevée.

Les quatre dernières colonnes du tableau 4.6 présentent les conditions énergétiques de réalisations des cordons et le coefficient de caractérisation énergétique rapporté au débit de fil (E_1 / V_f). Les colonnes « E_1 » correspondent à l'énergie linéique incidente liée uniquement au laser (FF : fil froid) ou au laser + fil chaud (FC : fil chaud), alors que les colonnes « E_1 / V_f » présentent les valeurs des énergies linéiques, divisées par le débit de fil (V_f) pour les cas fil froid (FF) et fil chaud (FC). La disposition des combinaisons paramétriques (CP) présentées dans le tableau 4.6, est visible dans la figure 4.10.

Tableau 4.6 : Energies linéique et totale calculées pour les essais réalisés

| CP | Paramètres opératoires | | | Valeurs calculées | | | | | |
|----|------------------------|---------------|---------------|-------------------|--------------------------------|---|-------------|--------------------------------|---|
| | P (kW) | Vs (m/min) | Vf (m/min) | Fil froid | | | Fil chaud | | |
| | | | | N° essai | E_1 (10^3J/m) | E_1 / V_f (10^4Js/m^2) | N° essai | E_1 (10^3J/m) | E_1 / V_f (10^4Js/m^2) |
| 1 | 2 | 2 | 2 | 63 | 60 | 180 | 62 | 60,225 | 200 |
| 2 | 2 | 1,5 | 1,5 | 79 | 80 | 320 | 78 | 80,225 | 356 |
| 3 | 2 | 1,5 | 2,5 | 80 | 80 | 192 | 81 | 80,225 | 213 |
| 4 | 2 | 2,5 | 2,5 | 88 | 48 | 115 | 89 | 48,225 | 128 |
| 5 | 2 | 2,5 | 1,5 | 68 | 48 | 192 | 67 | 48,225 | 213 |
| 6 | 2,5 | 1,5 | 1,5 | 24 | 100 | 400 | 34 | 100,225 | 436 |
| 7 | 2,5 | 1,5 | 2,5 | 20 | 100 | 240 | 38 | 100,225 | 261 |
| 8 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 76 | 60 | 144 | 77 | 60,225 | 156 |
| 9 | 2,5 | 2,5 | 1,5 | 90 | 60 | 240 | 70 | 60,225 | 261 |

CP : combinaison paramétrique ; E_1 : l'énergie linéique

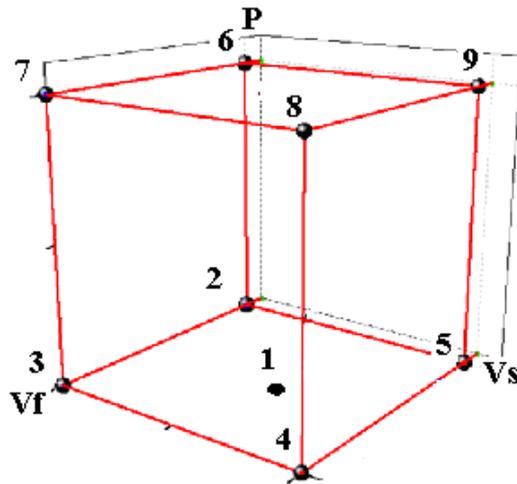


Figure 4.10 : Disposition des combinaisons paramétriques (CP)

Il serait sans doute plus convenable de travailler avec les énergies absorbées plutôt qu'incidentes. Cependant, ces valeurs sont difficilement accessibles. De plus l'existence des cordons sains pour des conditions énergétiques « incidentes » très différentes nous laisse penser que prendre en compte pour l'analyse seulement les énergies absorbées ne serait pas suffisant pour expliquer les résultats obtenus.

Une acquisition des températures en infrarouge a été mise en œuvre pour deux conditions paramétriques (CP2 et CP4 en tableau 4.6), dans la zone coefficient E_1 / Vf maximale et minimale et dans le domaine qui nous donne la possibilité d'avoir un dépôt sain et pour les deux substrats (RZ5 et AZ31) avec le fil d'apport Al4043 (figure 4.11). La zone de valeur minimale pour le coefficient E_1 / Vf , représente la zone la plus stable avec le cycle thermique plus court et les meilleurs résultats. Le couple de matériaux Al4043 / RZ5 montre un cycle thermique plus court pour une soudure saine, pour la zone énergétique minimale (par l'énergie linéique), comparativement avec le substrat de AZ31, pour les mêmes conditions opératoires.

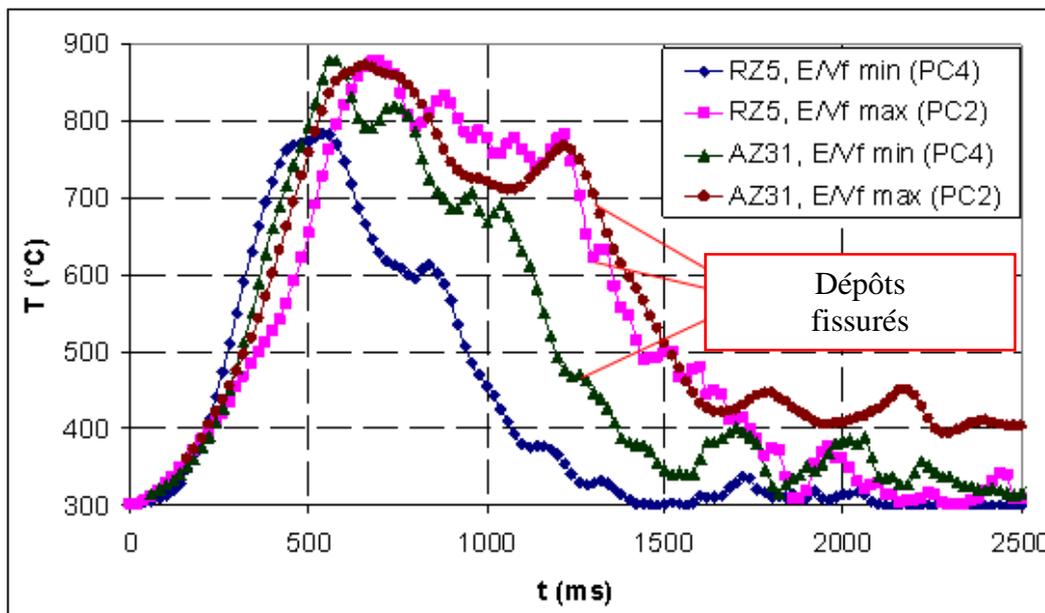


Figure 4.11 : Résultats d'acquisitions des températures en IR

4.3.3. Influence de la dilution

Pour des valeurs identiques de l'énergie linéique laser et pour des taux de dilution proches, on constate (figure 4.12 et tableau 4.7) que la présence ou l'absence des fissures dans les cordons est déterminée surtout par le coefficient E_l / V_f : des valeurs importantes favorisent la fissuration (fig. 4.12b).

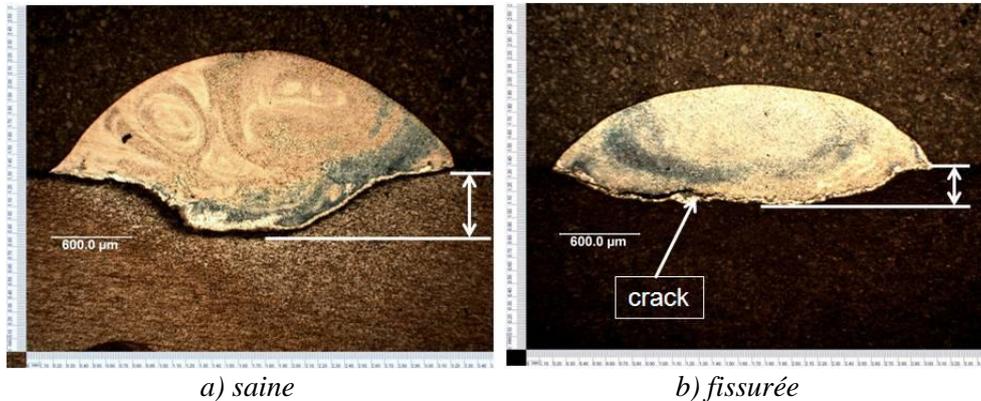


Figure 4.12 : Images macrographiques des dépôts dans la zone énergétique maximale.

Dans le cas du couple des matériaux Al4043/RZ5, les dilutions obtenues sont globalement situées dans l'intervalle 25% à 45%.

Tableau 4.7 Caractéristiques des joints pour la zone énergétique maximale, avec des profondeurs de substrat fondu (pénétrations) différentes (joints présentés dans la figure 4.12)

| N° crt. | N° essai | P (kW) | Vs (m/min) | Vf (m/min) | Dilution D (%) | Pénétration (μm) | El (J/m) | El/Vf (Js/m ²) | Fissure |
|---------|----------|--------|------------|------------|----------------|------------------|----------|----------------------------|---------|
| a | 80 | 2 | 1,5 | 2,5 | 26 | 430 | 80 | 213 | non |
| b | 79 | 2 | 1,5 | 1,5 | 28 | 240 | 80 | 356 | oui |

Nous n'avons pas été en mesure d'obtenir des cordons présentant une dilution minimale (<10% - proche du brasage). Cela peut être dû à :

- une grande différence entre la tension de surface d'Al ($\gamma_{Al} = 914 \text{ mN/m}$) et de Mg ($\gamma_{Mg} = 559 \text{ mN/m}$) ;
- une énergie libre positive (Gibbs). L'aluminium fondu n'arrive pas à réagir avec l'oxyde de Mg (qui a une énergie libre négative) à la surface de la tôle. La couche d'oxyde se forme même pendant le soudage. Il faut que la couche d'oxyde soit modifiée avant d'avoir fusionner ; un minimum d'énergie est nécessaire pour fondre, qui une fois atteint, entraîne une fusion rapide du substrat.

Quoiqu'il en soit, la dilution ne reflète pas le comportement général de l'assemblage parce que les dépôts ont un degré d'homogénéité très différent, dépendant de la convection. De cela, il résulte plusieurs zones et structures au niveau des cordons, de l'interface ainsi qu'une évolution de la dureté (figure 4.13 et 4.14).

Ce fort mélange conduit à disperser les composés intermétalliques partout dans le cordon, comme le montre les filiations de dureté (figure 4.14). Un cordon sain peut ainsi être généré si les conditions d'élaboration permettent d'éviter l'accumulation de composés intermétalliques en un point particulier, notamment dans la zone d'interface entre le cordon et le substrat (éviter une couche épaisse).

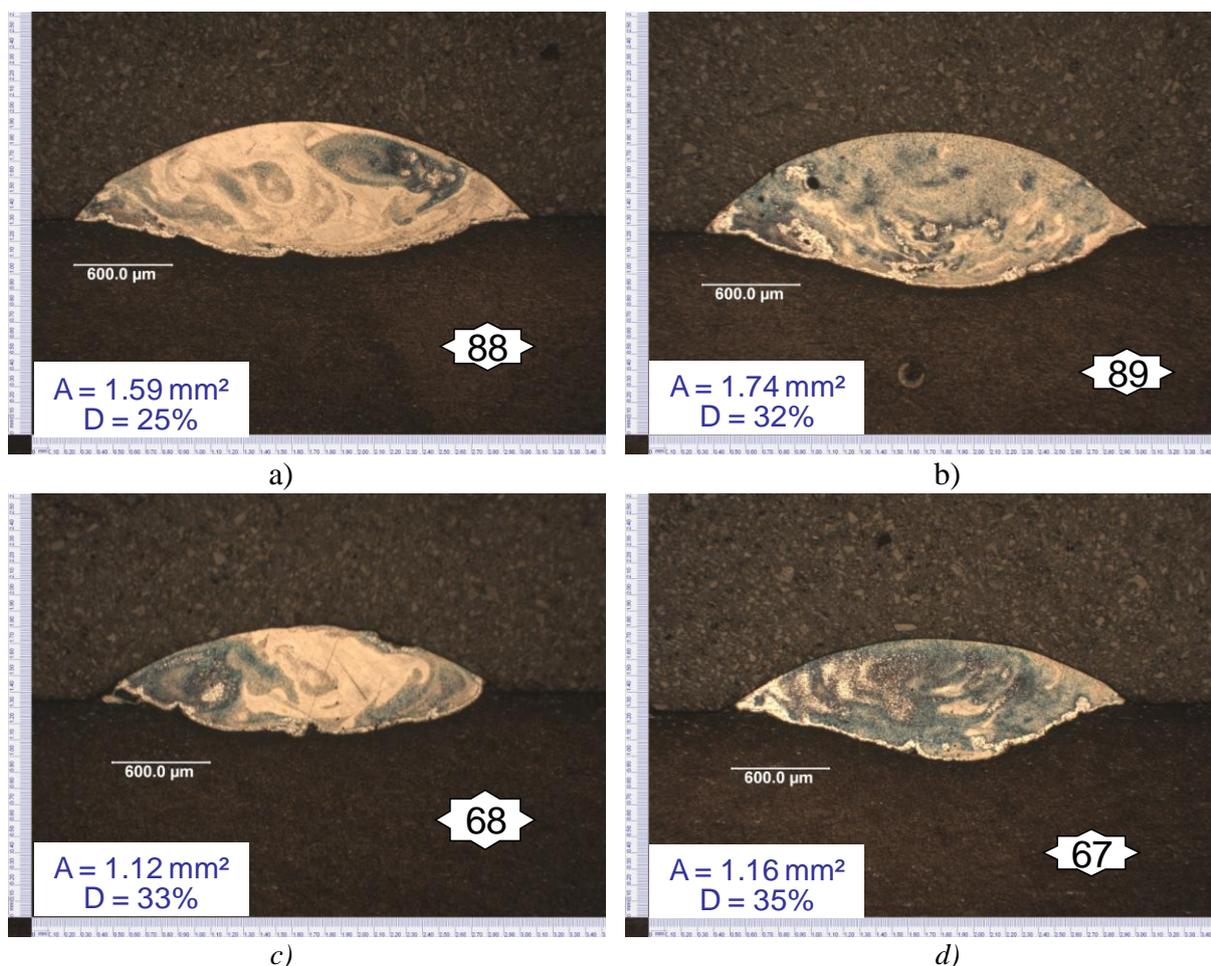


Figure 4.13 : Macrostructure montrant le degré de convection

Les paramètres opératoires et l'énergie calculée pour les dépôts présentés en figure 4.13 se retrouvent dans le tableau 4.8.

Le tableau 4.8 associé à la figure 4.13 montre l'effet des paramètres opératoires sur la convection dans le cordon. Un apport en fil froid conduit plus facilement à de fortes hétérogénéités chimiques dans le cordon, alors que l'utilisation du fil chaud semble conduire à l'incorporation d'un plus grand volume de substrat dans le cordon tout en améliorant l'homogénéité du mélange (à l'échelle macroscopique). En utilisant du fil chaud, la dureté présente des fluctuations plus importantes en cordon, mais un niveau réduit à l'interface, par rapport à l'utilisation du fil froid.

Tableau 4.8 Paramètres opératoires et l'énergie calculée pour les dépôts présentés en figure 4.13

| N° crt. | N° essai | P (kW) | Vs (m/min) | Vf (m/min) | I (A) | El (kJ/m) | Et (Js/m ²) |
|---------|----------|--------|------------|------------|-------|-----------|-------------------------|
| a | 88 | 2 | 2,5 | 2,5 | - | 48 | 115 |
| b | 89 | 2 | 2,5 | 2,5 | 150 | | 128 |
| c | 68 | 2 | 2,5 | 1,5 | - | | 192 |
| d | 67 | 2 | 2,5 | 1,5 | 150 | | 213 |

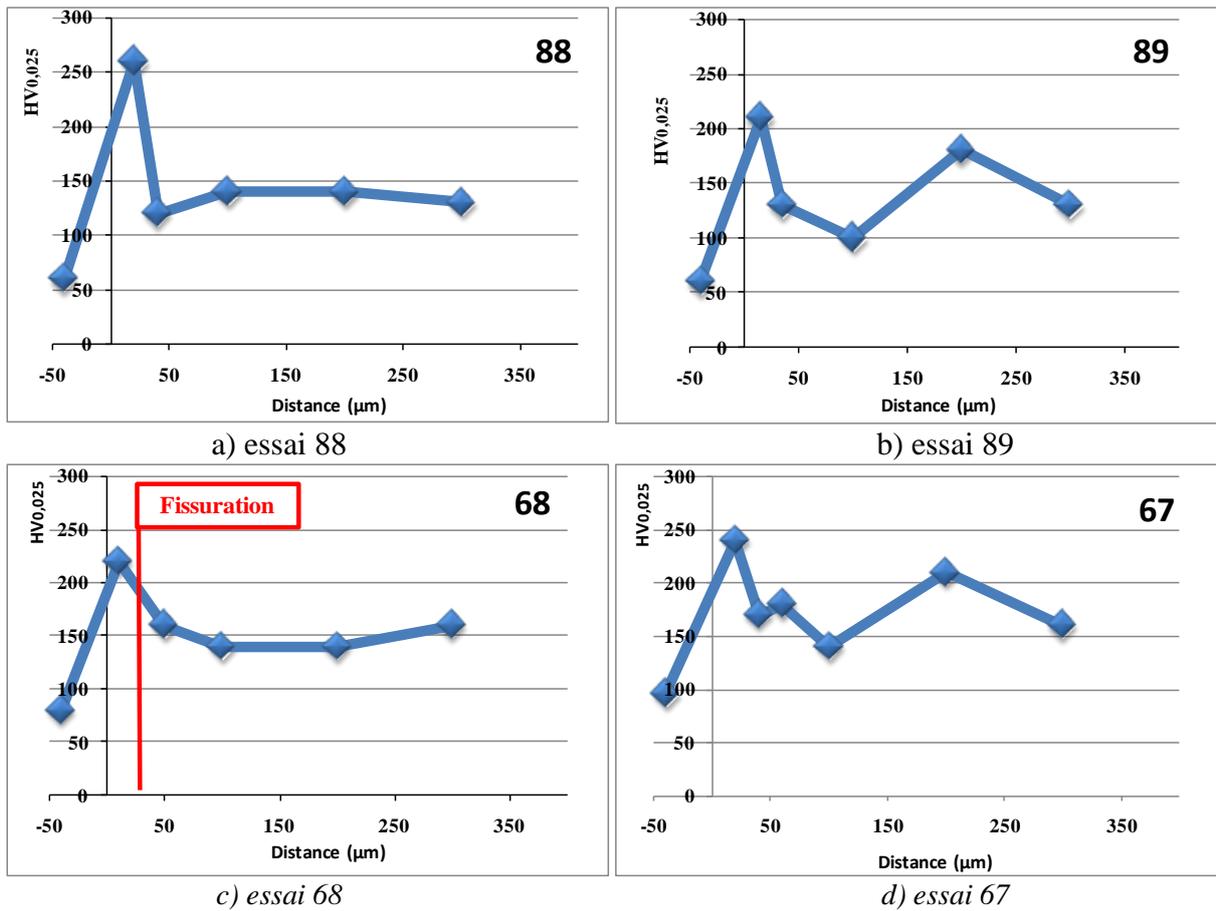


Figure 4.14 : Filiation de dureté des dépôts présentés dans la figure 4.13

4.3.4. Influence de la source de soudage

Cependant, il ne faut pas négliger l'importance de la source d'énergie sur l'épaisseur des couches d'interface. Une source d'énergie concentrée, comme la source laser, permet des cinétiques de chauffage et de refroidissement plus grandes qu'une source à arc.

Il en résulte que la durée pendant laquelle les métaux liquides réagissent est plus faible avec la source laser, ce qui conduit à une limitation de volume de composés intermétalliques. Ceci s'exprime notamment par une épaisseur plus réduite de couche de composés intermétalliques présente à l'interface substrat/cordon. Cette épaisseur peut être inférieure à 20 μm avec le laser alors qu'elle est toujours supérieure à 30 μm (jusqu'à 100 μm) avec le procédé CMT.

Or, il a été montré par certains auteurs [Mat A - 07] qu'une couche fragile de faible épaisseur ($< 10 \mu\text{m}$) ne pénalise pas le comportement macroscopique d'une liaison hétérogène. C'est pourquoi il convient de privilégier les conditions d'élaboration qui garantissent les faibles épaisseurs de couches de réaction, les faibles énergies étant sans doute à préférer. Si l'on se réfère uniquement à l'énergie linéique incidente issue du laser relativement à celle venant du CMT, la valeur maximale qui permet d'obtenir des cordons en bonne santé est de l'ordre de 80 kJ/m alors qu'elle est limitée à 61 kJ/m avec le CMT. Dans le cas de l'assemblage par laser, les valeurs de l'énergie linéique qui permettent d'obtenir des cordons sont autour de 62 kJ/m alors que pour le procédé CMT elles se situent autour de 46 kJ/m. Ceci met en évidence l'importance du couple (énergie, temps).

4.3.5. Analyse microstructurale

4.3.5.1. Analyse microstructurale au niveau de la zone centrale du cordon

Concernant la microstructure finale du cordon (figure 4.15), elle est proche de celle obtenue avec le procédé CMT.

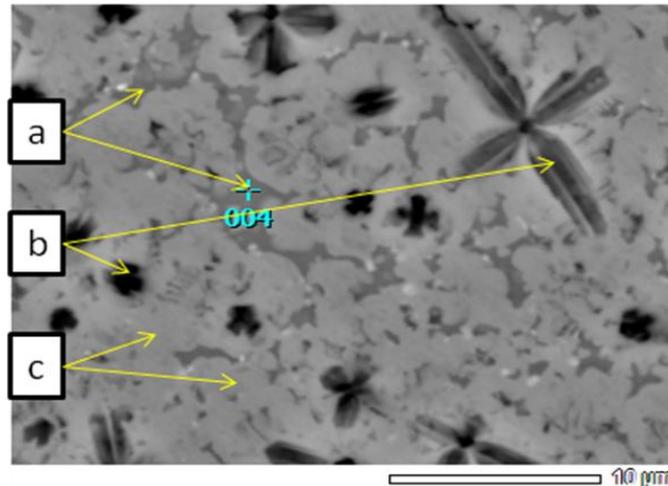


Figure 4.15 : Microstructure du cordon en soudage laser

Nous avons corrélé les analyses chimiques élémentaires ponctuelles avec le diagramme d'équilibre Al-Mg (figure 4.16d), pour les zones a, b et c de la figure 4.15. Les résultats sont présentés dans le tableau 4.9.

Tableau 4.9 Composition chimique EDS par zones de cordon

| Zone | El. | % poids | | | | | Phase |
|------|-----|---------|------|-------|-----|---------|--------------------------------------|
| | | Mg | Al | Zr | Si | Zn | |
| a | | 16-30 | bal. | ~ 0.6 | 0 | ~1 | (Al)+Al ₃ Mg ₂ |
| b | | 13-15 | bal. | 0.8-1 | 5-7 | 0.5-0.6 | (Al)+Al ₃ Mg ₂ |
| c | | 7-10 | bal. | 1.2 | 0 | 0.4 | (Al)+Al ₃ Mg ₂ |

Nous pouvons avoir des composés intermétalliques β (Al₃Mg₂) et une solution solide (Al) en zone "a" (espace interdendritique), des composés intermétalliques binaires Mg₂Si et ternaires Al-Mg-Si en zone "b", et la solution solide (Al) avec très peu de β en zone "c".

Il est également possible d'avoir des composés Mg-Zr, Al-Zr et Si-Zr du fait de leur faible enthalpie de formation, même si le Zr est présent en petite quantité.

4.3.5.2. Analyse microstructurale au niveau de l'interface

Dans la zone proche de l'interface, les compositions des différentes phases possibles sont positionnées sur le diagramme binaire (figure 4.16) :

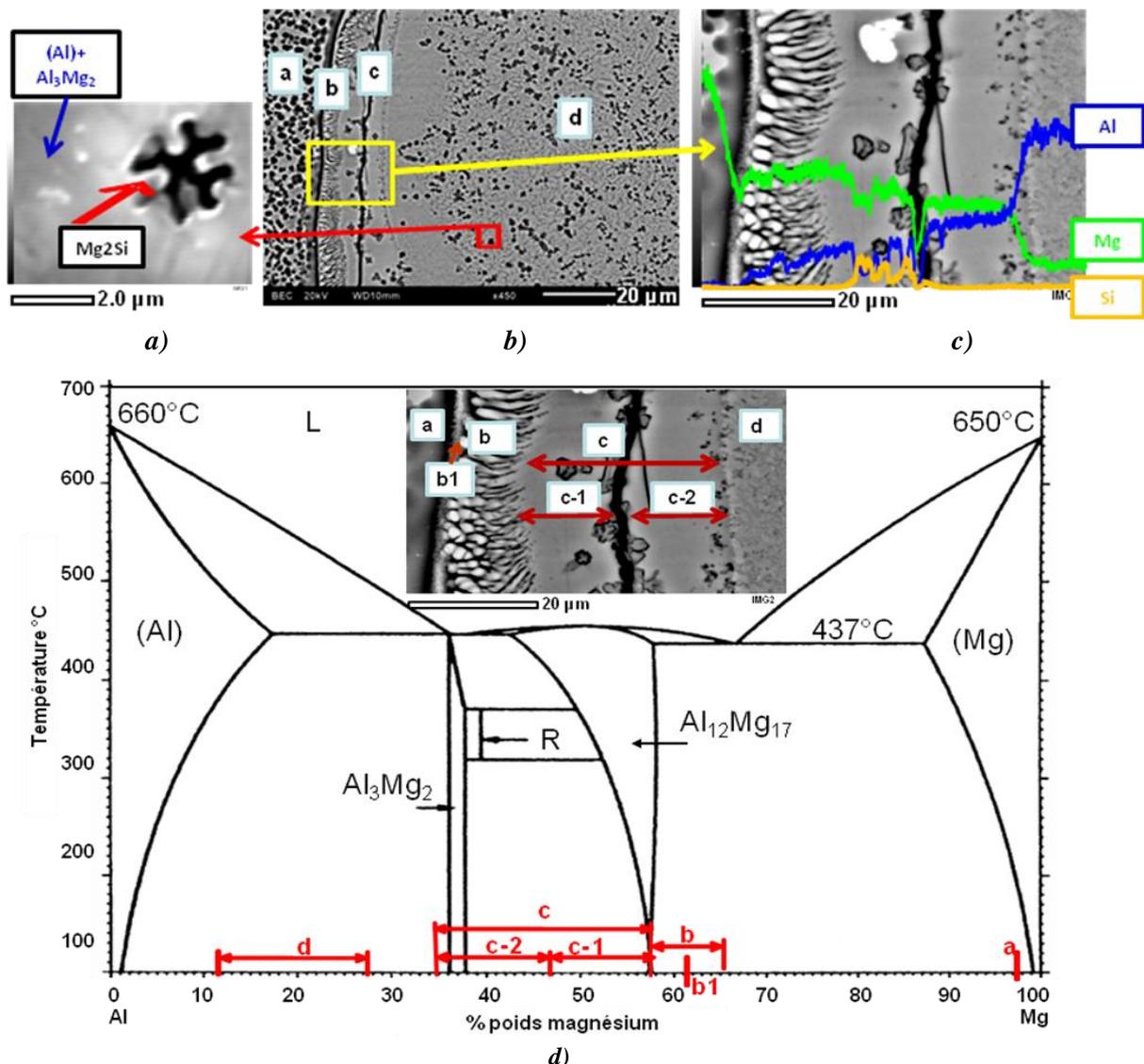


Figure 4.16 : Microstructure (a) de la phase Mg_2Si , (b) de la zone basse de dépôt et (c) de l'interface, et positionnement des compositions EDS sur le diagramme binaire Al-Mg (d)

Le tableau 4.10 récapitule les analyses EDS réalisées dans l'interface présentée en figure 4.16. Dans la couche (c), l'analyse moyenne EDS rapportée au diagramme binaire Al-Mg, montre la coexistence des composés intermétalliques β (Al_3Mg_2) et γ ($Al_{12}Mg_{17}$). Cela peut expliquer le comportement fragile de cette zone. Par ailleurs, la composition chimique moyenne dans la zone (c) n'est pas sensible aux conditions énergétiques d'élaboration (tableau 4.10). Enfin, les profils de composition (pour Al et Mg) présentés en figure 4.16c montrent une discontinuité de composition aux bords de la couche de réaction. Pour préciser ceci, nous avons partagé la couche de réaction en deux sous-zones (figure 4.16d - zones c1 et c2). Il apparaît clairement d'après les analyses chimiques, que la phase $Al_{12}Mg_{17}$ est présente en moyenne à hauteur de 80% en zone (c1) et à 35% en zone (c2). Le complément pour les zones c1 et c2, est constitué par la phase Al_3Mg_2 .

Il est également notable que le fil chaud permet de faire évoluer ces proportions en faveur d'une plus grande parité comme le montre la comparaison des essais 88 et 89 (tableau 4.10).

Le cordon est quant à lui, composé de la solution solide d'aluminium (Al), de phases Mg_2Si ou ternaire Al-Mg-Si et binaires Al-Mg ((Al)+ Al_3Mg_2). La dureté dépend de son homogénéité et donc de la convection dans le bain liquide et plus exactement du mélange et de la réactivité des espèces présentes.

La microstructure de la couche intermétallique ne dépend pas des conditions énergétiques dans toute l'exploration expérimentale. La couche d'interface est formée de composés intermétalliques $Al_{12}Mg_{17}$ et Al_3Mg_2 , sans dépendance avec les facteurs d'influence

considérés (combinaison paramétrique dans l'exploration systématique, matériaux de substrat, préchauffage de fil, pompage thermique et une agitation ultrasonique du bain). Les expériences de pompage thermique et d'agitation ultrasonique du bain sont décrites et analysées plus tard dans le document.

Tableau 4.10: Composition chimique (% poids) dans la couche intermétallique et la zone basse des dépôts, pour des conditions énergétiques et de refroidissements différentes

| Mat. | CP | US | PT | Fil | | Couche intermétallique (C) | | | | | | Zone basse du dépôt (d1) | | | | | |
|------|----|-----|----|-----|----|----------------------------|-----|------|------|------|------|--------------------------|-----|------|------|------|------|
| | | | | FF | FC | Mg | Al | Si | Zn | Zr | Ce | Mg | Al | Si | Zn | Zr | Ce |
| RZ5 | 5 | | | | 67 | 45 | 48 | 3,6 | 2,3 | - | 0,3 | 25 | 69 | 3,4 | 1,4 | 0,4 | 0,4 |
| | | | | | 68 | 52 | 40 | 3,7 | 2,7 | 0,4 | 0,29 | 26 | 68 | 3,69 | 1,1 | 0,18 | 0,17 |
| | 8 | | | | 77 | 55 | 39 | 1,5 | 1,9 | 0,6 | 0,3 | 16 | 79 | 2,6 | 0,8 | 0,7 | - |
| | | | | | 88 | 45 | 48 | 3,2 | 2,1 | 0,3 | 0,3 | 12 | 82 | 4,4 | 0,6 | 0,3 | - |
| | 4 | | | | 89 | 44 | 50 | 3,6 | 1,3 | 0,7 | 1,2 | 21 | 73 | 3,9 | 1,1 | 0,2 | - |
| | | 112 | | | | 41 | 53 | 2,66 | 2,19 | 0,23 | 0,27 | 30 | 63 | 4,33 | 1,68 | 0,2 | 0,2 |
| | | | 20 | | | | 42 | 50 | 3,99 | 2,13 | 0,33 | 0,3 | 27 | 66 | 4,06 | 1,49 | 0,22 |
| | 2 | 10 | | | | 42 | 51 | 4,02 | 1,9 | 0,3 | 0,2 | 26 | 66 | 6,1 | 1 | 0,29 | 0,05 |
| | | | 18 | | | 41 | 52 | 4,48 | 1,55 | 0,26 | 0,21 | 31 | 62 | 4,4 | 1,35 | 0,22 | 0,16 |
| | | | | | 79 | 48 | 43 | 4,3 | 2,7 | 0,4 | 0,4 | 27 | 65 | 5,2 | 1,2 | 0,28 | 0,14 |
| | | | | 78 | 45 | 48 | 2,9 | 2,4 | 0,3 | 0,2 | 24 | 71 | 2,9 | 1,07 | 0,35 | 0,15 | |
| AZ31 | 4 | | | | 84 | 48 | 48 | 1,68 | 0,66 | - | - | 22 | 75 | 1,02 | 0,29 | - | - |
| | | | | | 86 | 45 | 48 | 3,2 | 2,1 | - | - | 12 | 82 | 4,4 | 0,6 | - | - |
| | | | | | 87 | 47 | 47 | 5,6 | 0,4 | - | - | 9,7 | 86 | 3,2 | - | - | - |

CP – Combinaisons paramétriques; US – Agitation ultrasonique du bain ; PT - Pompage thermique fort ;FC - dépôts laser avec fil chaud ; FF- dépôts laser avec fil froid.

Tableau 4.10: Composition chimique EDS (% poids) dans la couche intermétallique et zone bas des dépôts, pour des conditions énergétiques et de refroidissement différentes

| CP | Valeurs fixées | | | Valeurs calculées | | | |
|----|----------------|------------|------------|--------------------------|---------|---|------|
| | P (kW) | Vs (m/min) | Vf (m/min) | El (10 ³ J/m) | | (El / Vf) (10 ⁴ J·s/m ²) | |
| | | | | L | L+FC | L | L+FC |
| 1 | 2 | 2 | 2 | 60 | 60,225 | 180 | 200 |
| 2 | 2 | 1,5 | 1,5 | 80 | 80,225 | 320 | 356 |
| 3 | 2 | 1,5 | 2,5 | 80 | 80,225 | 192 | 213 |
| 4 | 2 | 2,5 | 2,5 | 48 | 48,225 | 115 | 128 |
| 5 | 2 | 2,5 | 1,5 | 48 | 48,225 | 192 | 213 |
| 6 | 2,5 | 1,5 | 1,5 | 100 | 100,225 | 400 | 436 |
| 7 | 2,5 | 1,5 | 2,5 | 100 | 100,225 | 240 | 261 |
| 8 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 60 | 60,225 | 144 | 156 |
| 9 | 2,5 | 2,5 | 1,5 | 60 | 60,225 | 240 | 261 |

La dureté de l'interface (couche "c") est de 3 à 5 fois supérieure à celle des substrats et du fil (entre 210-350 HV_{0,025}). La fissuration n'est pas directement liée au niveau de dureté. Les évolutions de la dureté dans le substrat (RZ5 – gauche de diagramme), l'interface et la zone basse de dépôt (zone de la droite, sur le diagramme) pour les joints sans fissuration sont présentées figure 4.17.

Le meilleur comportement de dureté, qui se traduit par une interface moins dure (~200 HV_{0,025} en soudage laser fil froid et ~250 HV_{0,025} pour laser avec fil chaud) et une dureté relativement homogène en cordon (en dessous 150 HV_{0,025}), a été obtenue pour le joint n°4 (figure 4.17), dans la zone de coefficient de caractérisation énergétique minimale (E₁ / Vf = 115 J·s/m² pour le soudage laser et E₁ / Vf = 128 J·s/m² pour le laser avec fil chaud). Entre les

zones extrêmes, par rapport au coefficient de caractérisation énergétique (tableau 4.10, essais 4 et 2), il y a un rapport jusqu'à trois fois entre la zone qui permet (minimale) et qui ne permet pas d'avoir un assemblage. Aussi, pour les zones qui permettent d'avoir des dépôts sains, le niveau de dureté montre une dépendance par rapport au coefficient de caractérisation énergétique, dans le sens qu'une croissance importante de « E_1 / V_f » conduit à une croissance de dureté à l'interface (tableau 4.10 et figure 4.17, essais 4 et 9). En soudage laser fil froid (figure 4.17a), une augmentation significative de la dureté (autour de 300HV à l'interface, respectivement 180-300HV en cordon) est visible pour les niveaux énergétiques supérieures (essais 3 et 9 – 213 respectivement 261 $J \cdot s/m^2$). Comparativement, en laser fil chaud, la zone fondue est plus irrégulière et plus dure, mais l'interface est moins dure dans les zones extrêmes (figure 4.17c- minimum et d- maximum) de coefficient « E_1 / V_f » qui permet d'avoir un assemblage sain.

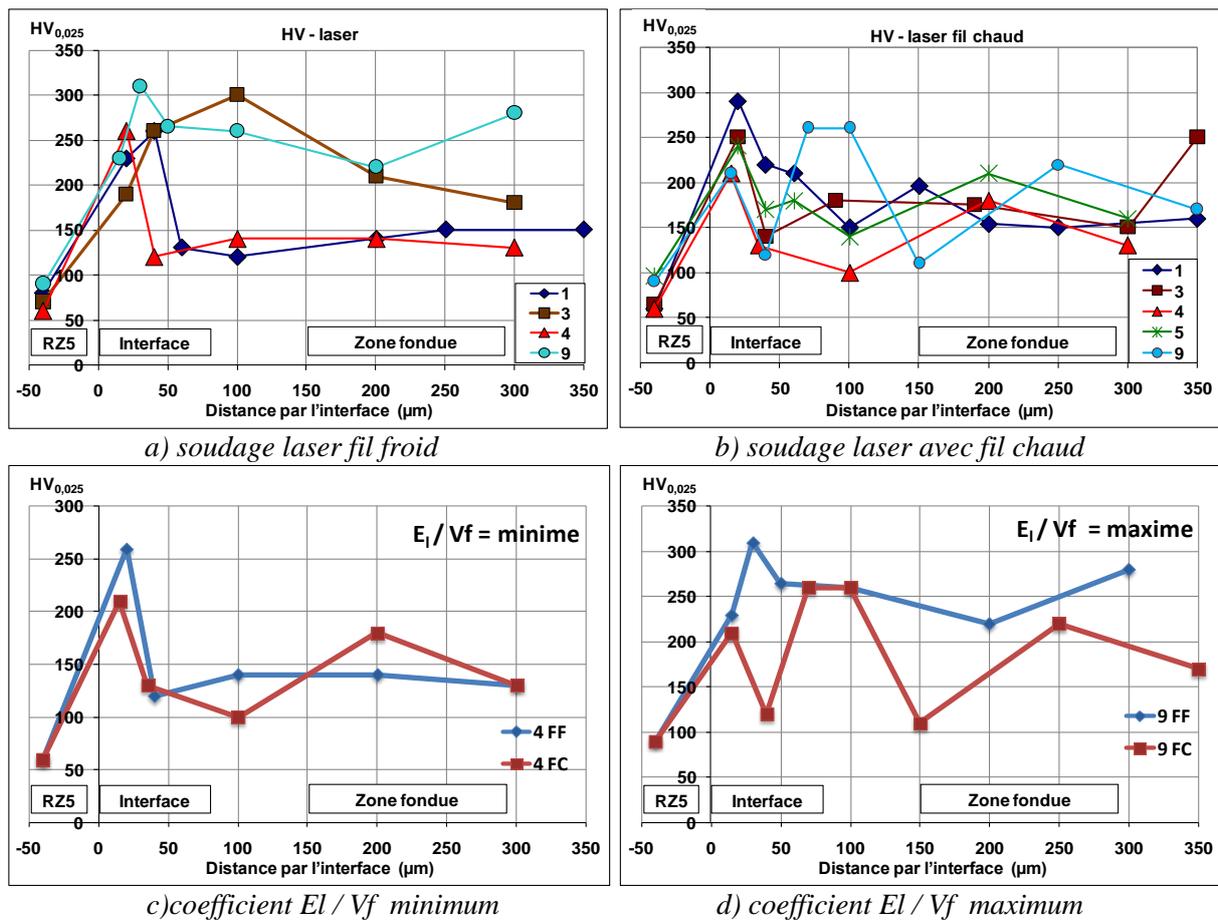


Figure 4.17 : Filiation de microdureté pour différentes conditions paramétriques

Enfin, au niveau du substrat, les évolutions sont similaires pour tous les cordons : aucun défaut n'est repéré et la variation de dureté est toujours inférieure à 30 $HV_{0,025}$, restant autour de 60-90 $HV_{0,025}$ dans la ZAT, étendue de l'ordre de 30 μm (figure 4.18). Dans le substrat, des zones blanches riches en Zn et Ce et des nodules sombres, globulaire, riches en Zr (a) sont observables. Dans la zone "d" une accumulation de zones globulaires (a) proche de l'interface, dans le substrat est visible. Cela est probablement dû à la diffusion du Zr à l'état solide dans la ZAT.

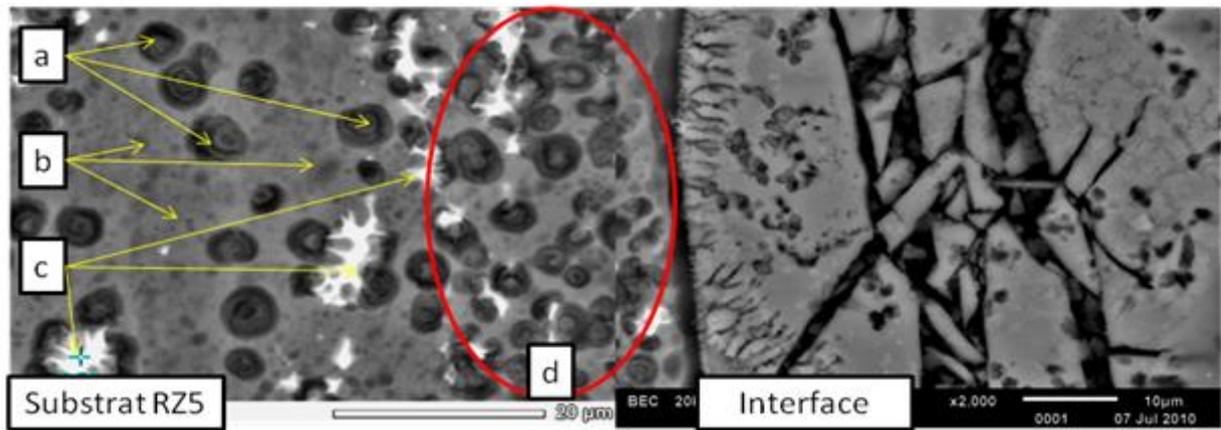


Figure 4.18 : Microstructure du substrat RZ5 et zone d'interface

4.3.6. Fractographie de la rupture et analyse par diffraction de rayon X

Les températures de fusion des substrats et du fil d'apport sont quasi équivalentes et l'Al montre une solubilité importante dans le magnésium. Il est alors difficile de réaliser un soudobrasage. Les résultats obtenus dans les essais de soudobrasage montrent que les dépôts se détachent lors du soudage ou au refroidissement. Des fractographies de rupture, pour les dépôts détachés sont présentées sur la figure 4.19.

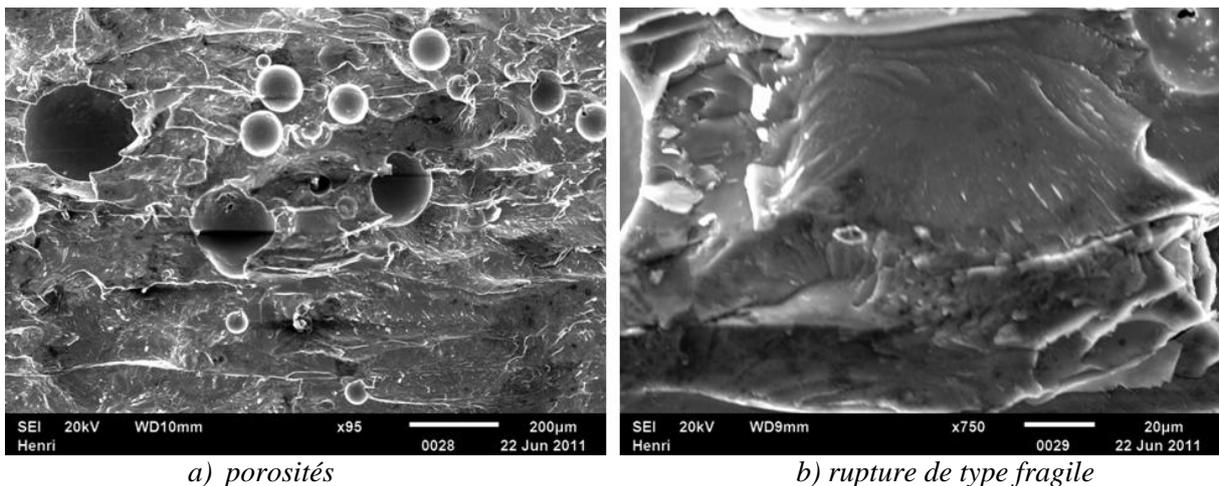


Figure 4.19 : Fractographies de l'interface

Des porosités (figure 4.19a) et une rupture de type fragile sont visibles à l'interface dans la zone de détachement des dépôts. Les porosités présentes à l'interface n'existent pas dans la zone fondue tout du moins avec une telle quantité. La phénoménologie du détachement et de la présence de porosités de dépôts peut être expliquée par la pression négative qui peut être créée à l'interface hétérogène engendrée par la différence de tension de surface, qui peut conduire à des phénomènes de cavitation avec un développement de porosités [Cro C - 05]. Associée avec la solidification et le refroidissement rapide, du fait d'une conductibilité thermique élevée et de la différence des coefficients de dilatation linéaire ($\alpha_{Mg} = 25,5 \cdot 10^{-6} K^{-1}$; $\alpha_{Al} = 24 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ – qui donnera des tensions inégales au refroidissement), les vides formés et les porosités peuvent être bloquées vers l'interface et les contraintes sont augmentées dans la zone intermétallique favorisant le détachement des dépôts. Une autre raison est la présence de l'oxyde de magnésium qui ne peut pas être réduit par l'aluminium fondu. [Haj E - 11] Si l'aluminium fondu (en soudobrasage) ne peut pas réagir avec l'oxyde formé à la surface des tôles de magnésium, un interstice se forme, favorisant le détachement des dépôts.

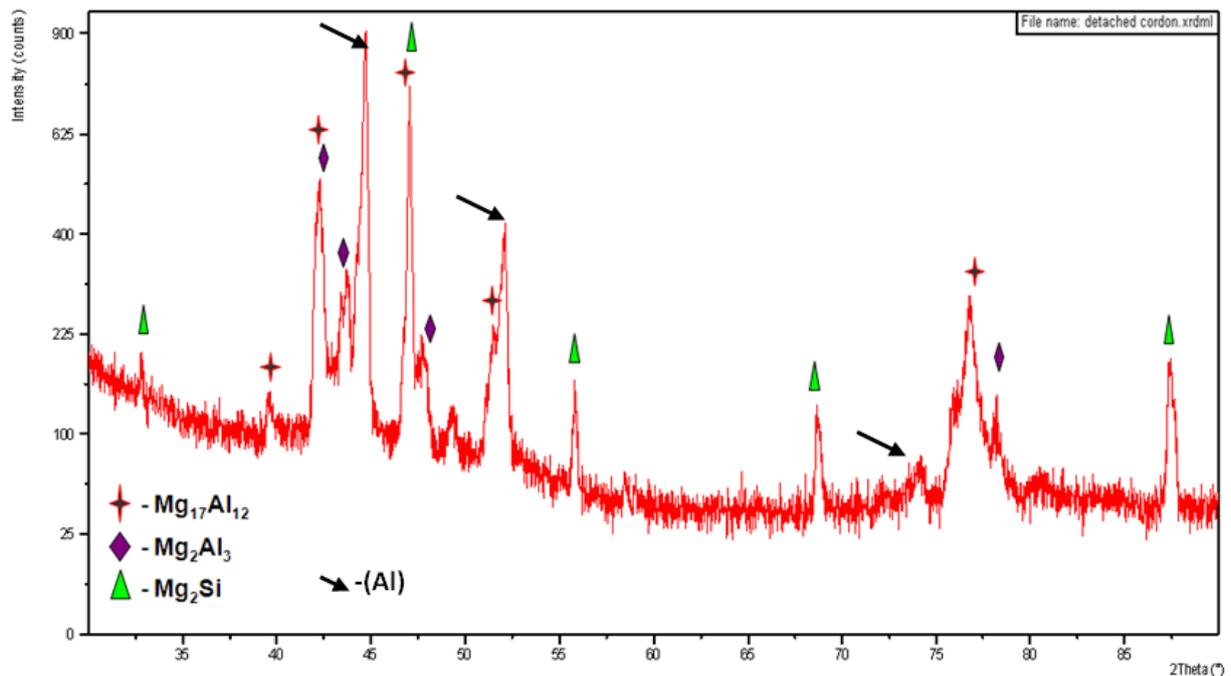


Figure 4.20 : Diffractogramme dans la zone de rupture d'interface

La microstructure de la zone d'interface est constituée d'intermétalliques. Une analyse surfacique par diffraction de rayons X a été faite dans cette zone de rupture et les phases intermétallique ($\gamma\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$, $\beta\text{-Mg}_2\text{Al}_3$) ont été confirmées (figure 4.20). Une solution solide (Al) est mise en évidence sur la surface de rupture. La présence de la solution solide $\alpha(\text{Al})$ peut être expliquée par la fragmentation dans certains endroits de la couche analysée où les rayons X touchent la zone fondue du dépôt.

Dans la zone centrale du dépôt, une solution solide $\alpha(\text{Al})$ et des composés Al_3Mg_2 sont identifiés par l'analyse EDS, selon le diagramme binaire. Lors d'une solidification rapide, on peut trouver des accumulations d' Al_3Mg_2 (figure 4.21), qui peuvent former des îlots favorisant la fissuration, du fait d'une dureté élevée (jusqu'à 9 fois) et d'un module d'élasticité suffisamment réduit de la phase Al_3Mg_2 (68,6 GPa [Zha X - 10]), comparé avec le Mg (47,7 GPa [Zha X - 10]).

Même si au-dessus de l'interface dans la zone fondue, la phase β ne forme pas des couches continues, elle peut s'avérer nocive si elle est en grandes quantités (dépôts fissurés dans toute la zone fondue). Dans l'exploration systématique, la formation des îlots d'accumulation est retrouvée aussi pour des dépôts réalisés avec niveau de l'énergies importantes que faibles ($E_1 = 40\text{-}80$ kJ/m), mais un comportement satisfaisant est observé pour une énergie linéique minimale. Pour confirmer la présence de ces composés, une analyse linéaire de diffraction X a été faite dans la zone centrale de la zone fondue (figure 4.22). L'analyse montre l'existence des intermétalliques (γ , β), d'une solution solide $\alpha(\text{Al})$ et des précipités Mg_2Si et ce, même pour les meilleures conditions paramétriques.

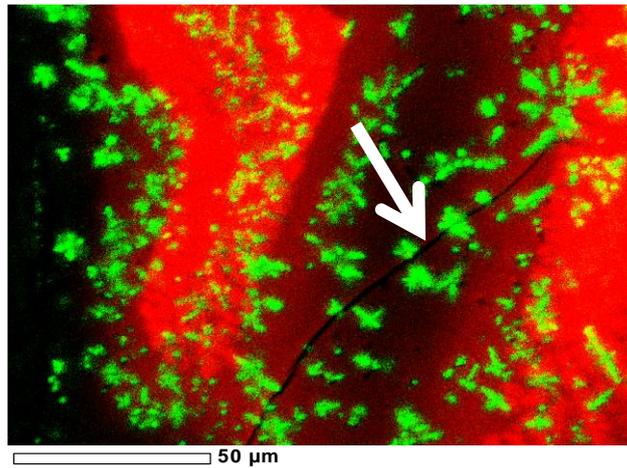


Figure 4.21 : Répartition des éléments chimiques vers une interface avec fissure

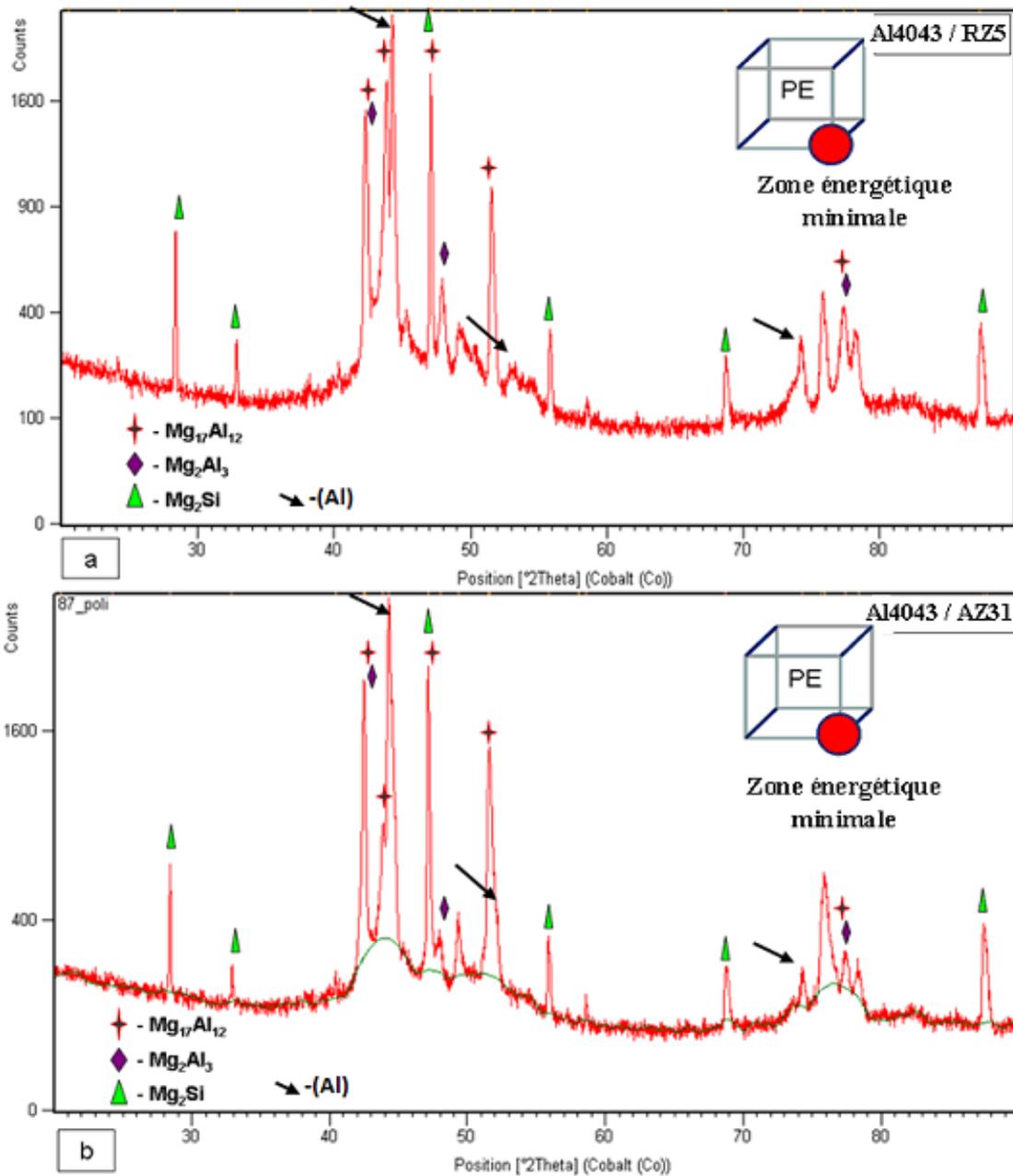


Figure 4.22 : Diffractogramme dans la zone centrale de dépôt : a) Substrat RZ5; b) Substrat AZ31 (essai dans la zone énergétique minimale)

4.3.7. Influence du fil chaud sur l'interface – microstructure et composition chimique

Les microstructures au niveau de l'interface sont présentées sur la figure 4.23 pour la zone d'énergie linéique minimale du programme exploratoire. Les paramètres opératoires (énergies et dilutions) des couples des dépôts d'Al4043/RZ5 sont présentés dans le tableau 4.8.

Tableau 4.8 : Paramètres opératoires, énergies et dilutions des dépôts de Al4043/RZ5

| N°crt | N°essai | Paramètres opératoires | | | Dilution (%) | Valeurs calculées | | | |
|-------|---------|------------------------|------------|------------|--------------|-----------------------|--------|---|------|
| | | P (kW) | Vs (m/min) | Vf (m/min) | | E _l (kJ/m) | | E _l / Vf (10 ⁴ J/s/m ²) | |
| | | | | | | L | L+FC | L | L+FC |
| a | 88 | 2 | 2,5 | 2,5 | 25 | 48 | | 115 | |
| b | 67 | 2 | 2,5 | 1,5 | 35 | | 48,225 | | 128 |
| c | 68 | 2 | 2,5 | 1,5 | 33 | 48 | | 192 | |
| d | 89 | 2 | 2,5 | 2,5 | 35 | | 48,225 | | 213 |

L'influence du fil chaud (b, d) comme promoteur d'une meilleure homogénéisation, est observée.

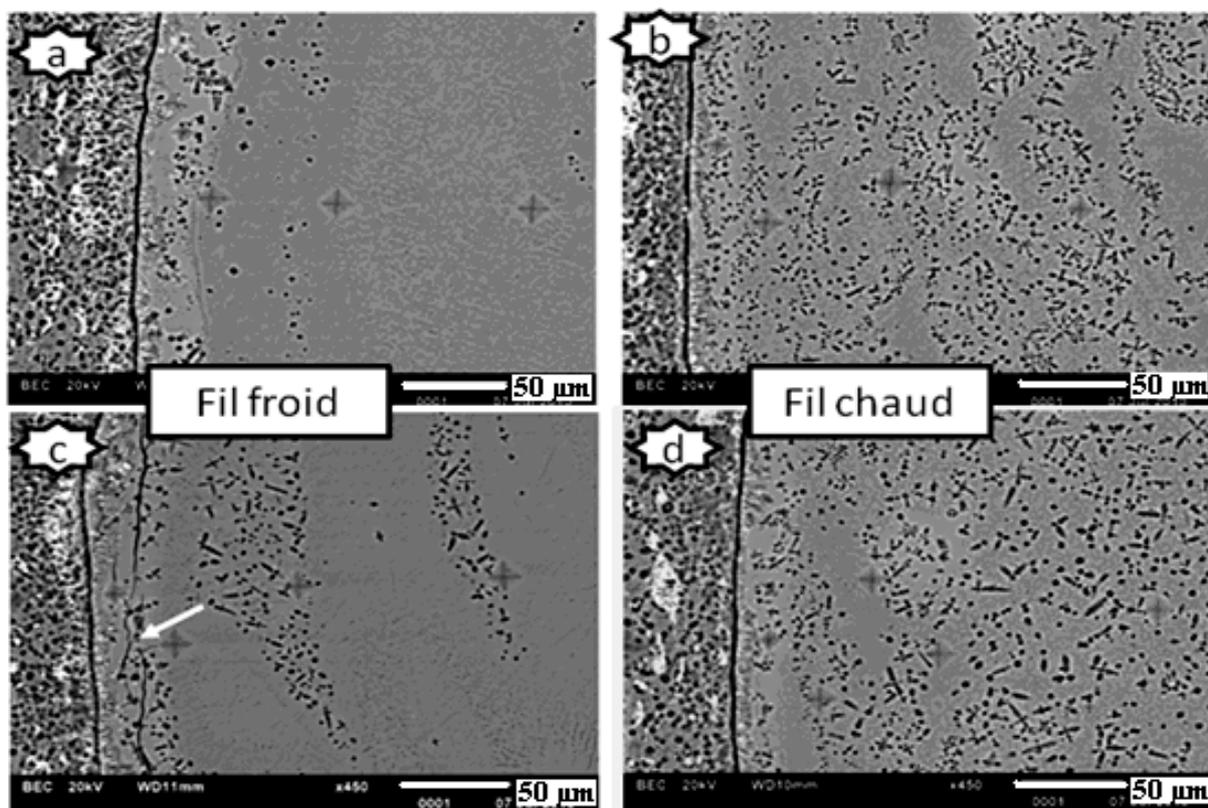


Figure 4.23 : Microstructures observées au niveau des interfaces : fil froid (a, c) ; fil chaud (b, d)

Un abaissement de la vitesse de fil conduit à la fissuration (comparaison a et c) car l'énergie non absorbée pour la fusion du fil sert à augmenter le volume de substrat fondu (dilution plus importante) ce qui modifie la composition de l'interface.

La figure 4.24 montre une interprétation des analyses EDS selon le diagramme binaire Al-Mg et les niveaux de dureté pour les interfaces présentées en figure 4.23. La zone d'interface présente une dureté élevée (210-300 HV_{0,025}) expliquant la fragilité et la fissuration prédominante dans cette zone. L'évolution de la dureté est dépendante de l'évolution des composés intermétallique β (Al₃Mg₂) et γ (Al₁₂Mg₁₇). La solution solide (Al) est la deuxième phase du domaine biphasé.

Dans la figure 4.24, il est visible que sur le cordon fissuré (c), quasiment seules les phases γ et β sont présentes à l'interface, dans une proportion 90% et 10% respectivement, dans la limite avec le substrat, passant par 50% - 50%, jusqu'à 0% γ , 30% β et (Al) en balance dans la limite d'interface dans la zone fondue. Dans le dépôt, la teneur en précipités β fluctue (c),

montrant un manque d'homogénéité et des accumulations des intermétalliques β . Pour les assemblages élaborés avec un fil chaud (b, d), la teneur en composés intermétalliques γ est plus basse à l'interface.

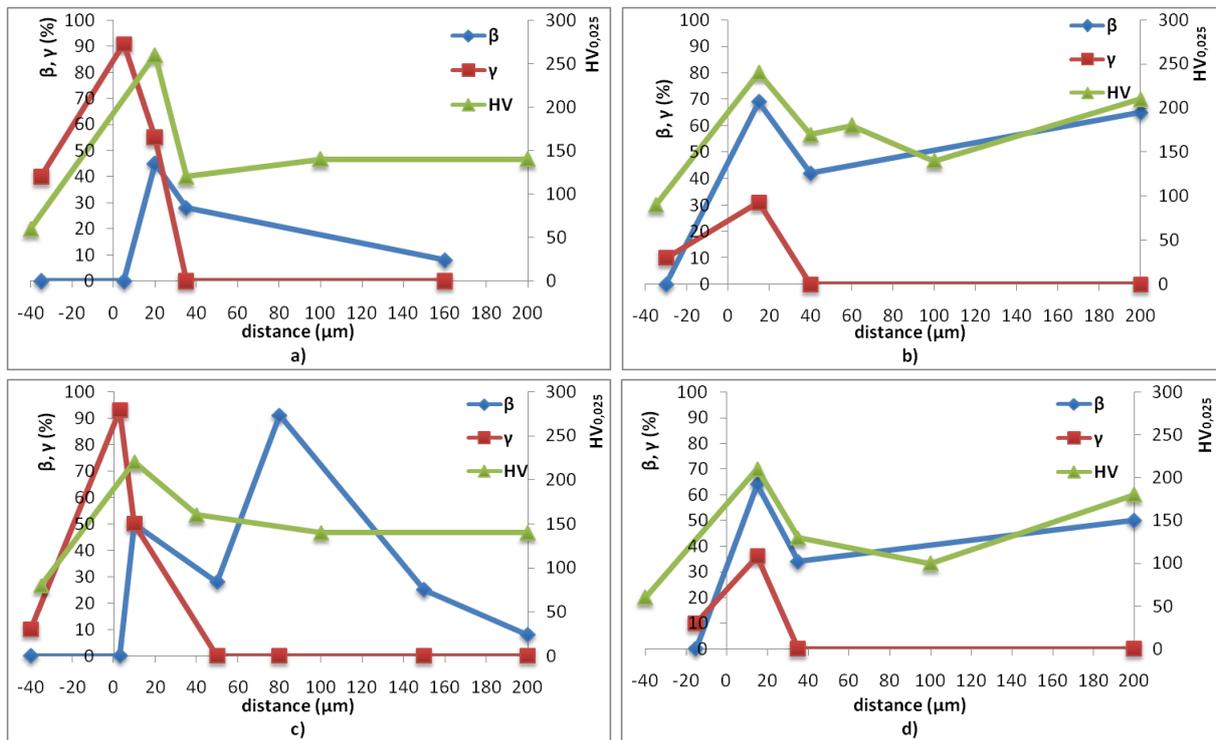
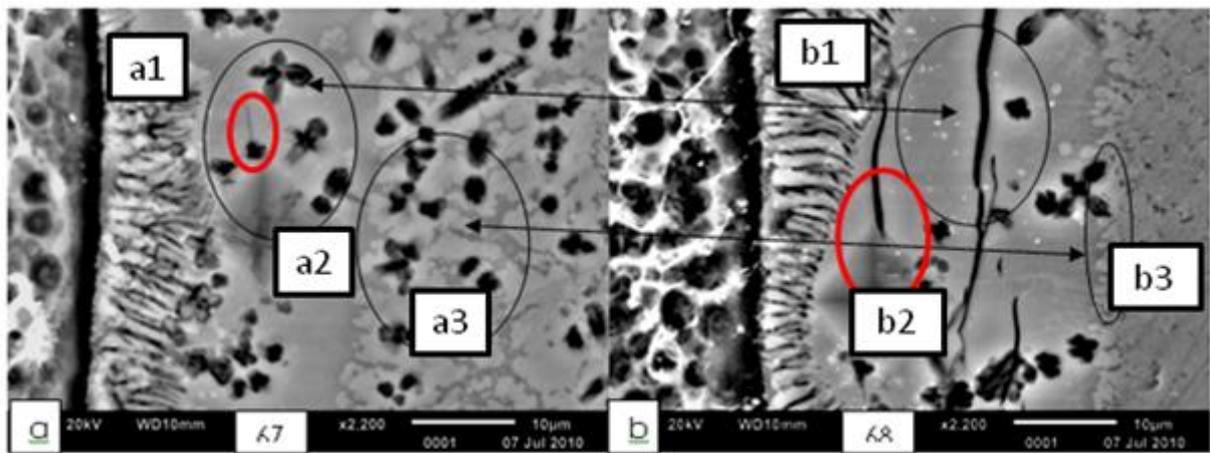


Figure 4.24 : Evolutions de la microstructure et de la dureté pour les essais du tableau 4.8

Intéressons-nous maintenant plus spécifiquement à la zone d'interface. La figure 4.25 présente les microstructures typiques observées dans deux cas différents : apport en fil chaud (a) et apport en fil froid (b).

Un développement plus prononcé des couches dendritiques (a1) à l'interface est visible lorsque l'on utilise un apport avec fil chaud (à cause du gradient thermique). Aussi des dendrites (noire) probablement de Mg_2Si ou ternaire d'Al-Mg-Si (Si ~15-20%, Al ~20%, Mg ~65%, Zn <2%, Zr <1% et du Ce <0,1%) montre un développement plus important dans la zone "a3" en fil chaud par rapport à la zone "b3" pour le "fil froid". Aussi dans la zone "a3", une morphologie de microstructure plus séparée est obtenue, à cause d'un plus fort mélange grâce à une convection plus forte. Aussi dans la zone "a3", une morphologie d'eutectique de Mg-Al plus séparée est obtenue, à cause d'un plus fort mélange qui se produit grâce à une convection plus forte. Un espacement des bras dendritiques plus important, mais sans croissances des bras secondaires, est visible dans les zones a1 et respectivement b1. La fragilité de cette zone est confirmée pour les deux types de cordons : une empreinte de dureté Vickers réalisée dans cette zone provoque l'apparition, puis la propagation d'une fissure à partir des bords de l'empreinte (a2 ; b2). Le cordon obtenu avec un apport en fil froid (b) paraît plus fragile car la fissure semble se propager de façon plus marquée, pouvant atteindre 25 μm , avec des propagations de fissures dans la couche intermétallique de l'interface. La fissure se propage sur environ 7 μm après l'indentation de dureté, pour le dépôt en fil chaud (a).



a) en fil chaud b) fil froid.

Figure 4.25 : Microstructure d'interface et du bas de cordon :

Pour en revenir aux composés Mg_2Si (figure 4.26) présents dans toute la zone fondue et identifiés par diffraction des rayons X et confirmés par analyse EDS en accord avec le diagramme binaire Mg-Si, ils ne semblent pas à l'origine du départ de fissures, probablement du fait de leurs grandes température de formation (relativement aux composés Al-Mg), de leurs faibles dilatation thermique et d'un module d'élasticité raisonnable (120 GPa pour Mg_2Si à comparer à 112 GPa pour le Silicium, 45 GPa pour les alliages de Magnésium (RZ5 et AZ31) et 68 GPa pour l'Aluminium).

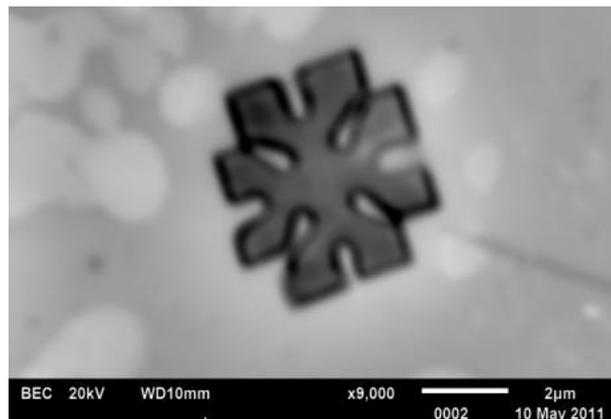


Figure 4.26 : Composé intermétallique Mg_2Si

4.3.8. Influence du zirconium

A partir des résultats expérimentaux et des données de la littérature spécialisée, il ressort que le couple (chimie ; thermique) joue un rôle prépondérant sur le résultat. Il est notable que les éléments d'alliages, même présents en petite quantité, peuvent avoir une influence très grande sur le résultat, que ce soit en tant que tel ou par couplage avec les conditions thermiques.

C'est en nous basant sur cette vision que l'analyse systématique des cordons a permis de mettre en évidence que des meilleurs résultats sont obtenus lorsque le substrat contient du Zirconium.

4.3.8.1. Prémisses de l'effet « améliorant » de Zr

Le Zirconium est ajouté dans certains alliages de magnésium (alliages ZE41, ZH62, ZK51) pour améliorer les propriétés mécaniques. En revanche, il n'est pas ajouté dans les alliages de magnésium contenant de l'aluminium, car le zirconium réagit immédiatement avec l'aluminium, du fait d'une enthalpie réduite (jusqu'à -65 kJ/mol), en formant des composés stables Al-Zr, annihilant l'effet recherché par l'adjonction de l'aluminium [Ran S - 07]. Cette

réaction se produit avant les réactions Mg-Zr, Mg-Zn, Al-Mg et Al-Zn. Concernant l'assemblage hétérogène Al-Mg, cet effet permet très certainement d'expliquer les résultats expérimentaux et peut certainement être amplifié afin de limiter la formation des composés intermétalliques Al-Mg.

Le zirconium se comporte comme centre de nucléation lors de la solidification des alliages d'Al. Ainsi utilisé comme élément d'addition dans l'aluminium, il augmente la ductilité, l'élongation des alliages de fonderie et inhibe la recristallisation [Dan J - 09]. Dans les alliages de Mg, il confère un très bon effet de raffinage granulaire, ce qui améliore également les propriétés spécifiques de l'alliage [Fan X – 09, Joh S - 03]. Ce mécanisme de raffinage n'est pas encore complètement élucidé, mais quelques éléments peuvent être mis en avant :

- La similarité de structure cristallographique entre le magnésium et le zirconium permet d'initier la solidification à partir des atomes de zirconium, qui jouent le rôle de site de nucléation à des températures comprises entre la température péritectique et la température de solidification du magnésium (650°C). Au début, les cristaux solides de α -Mg et α -Al vont grandir autour de Zr et absorber le zirconium présent dans le liquide alentour. Dès que la teneur en zirconium libre tombe en dessous d'une certaine valeur, la nucléation laisse la place à la croissance des grains ;
- La réaction péritectique se produisant entre Zr et Mg à la température de début de solidification, conduit à une saturation rapide du Mg liquide en Zr (solubilité réduite de Zr en Mg), conduisant à la croissance d'une solution solide α -Mg à forte concentration en Zr [Hor E - 06].

Le raffinage maximal est obtenu lorsque l'alliage fondu de magnésium est saturé en zirconium à des températures de 780-800°C. Lorsque la température décroît, les autres éléments ou d'autres contaminants (précipités solubles ou non) interviennent dans la réaction [Hor E - 06].

En soudage, le zirconium donne de bons résultats pour le raffinage granulaire et améliore la résistance mécanique des zones fondues. [Hom T - 10]

4.3.8.2. Analyse des assemblages avec un ajout de Zr

Pour montrer l'effet du Zr dans un système phénoménologique complexe qui comprend plusieurs éléments d'alliage, nous avons poursuivi la démarche en augmentant la teneur en Zr de la zone fondue. L'ajout de Zr a été mis en œuvre avec des feuilles de 10 μm d'épaisseur positionnées en surface du substrat avant soudage. Les figures 4.27 et 4.28 illustrent l'effet de l'ajout de Zr dans l'assemblage.

L'apport de Zr, outre l'affinage de la structure, conduit bien à une diminution de la fragilité (figure 4.27) pour les mêmes conditions expérimentales. Le cordon réalisé sans ajout de Zr se fissure lors de la phase de préparation métallographique, montrant une fragilité élevée de la zone d'interface (figure 4.27d) et de la zone fondue (e).

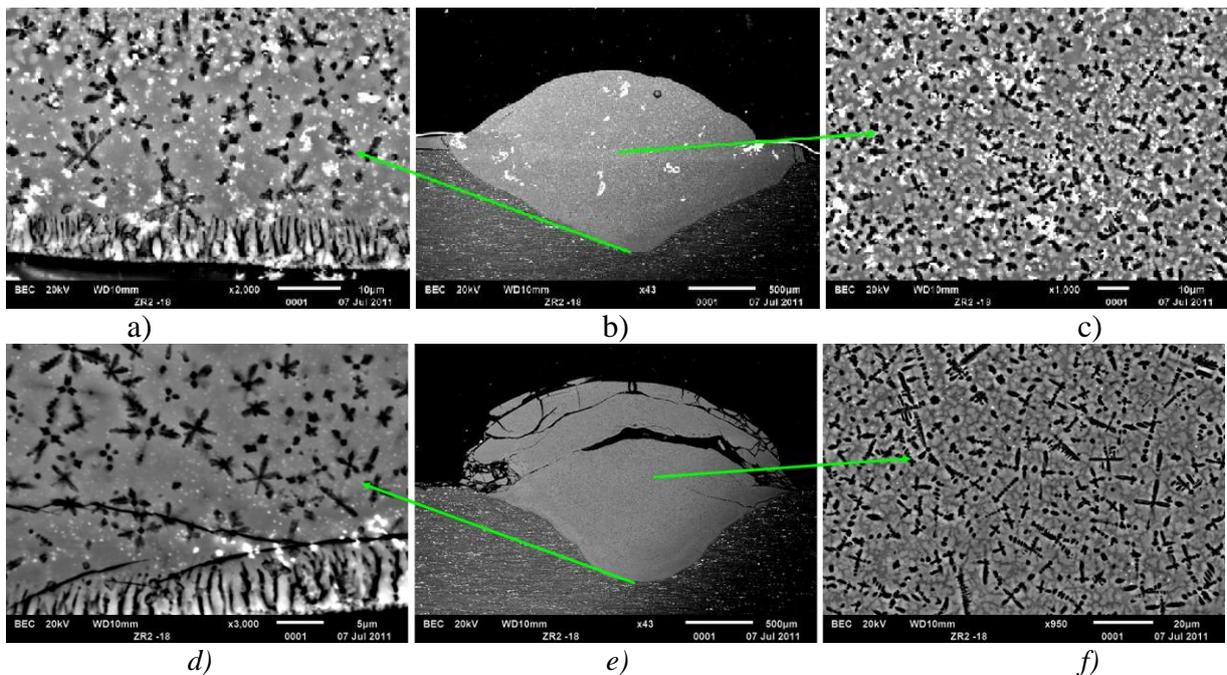


Figure 4.27. Microstructures et macrostructures des dépôts avec Zr (a, b, c) et sans Zr (d, e, f), pour le couple AA4043 / RZ5 – mêmes paramètres opératoires

Dans le dépôt sans ajout de Zr, la microstructure de la zone supérieure du cordon (figure 28a), est constituée par :

- une précipitation de Mg_2Si [dendrites équiaxes noires (a3, b3)], uniformément dispersée, entourée par une matrice de solution solide $\alpha-Al$ [zone de dendrites blanches (a2, b2)] ;
- des zones présentant une croissance de microstructure planaire (zone foncée - a1, b1), constituée de composés intermétalliques $\beta(Al_2Mg_3)$ et $\gamma(Al_{12}Mg_{17})$ (dendrites claires) entourés par un liquide interdendritique, probablement formé par un eutectique $\alpha+Si$. Ces composés se forment à des températures plus basses (en accord avec les diagrammes binaire Mg-Si et Al-Mg, les micrographies et la composition chimique caractérisée par EDS – tableau 4.9).

En descendant vers le centre de la zone fondue (figure 4.28b), on constate un caractère dendritique aciculaire des composés Mg_2Si . Les zones a1 et b1 sont plus riches en Mg (30-37% d'après les analyses par EDS), ce qui se transpose sur le diagramme binaire Al-Mg, en solution solide $\alpha(Al)$ et en composés intermétalliques β .

L'ajout de Zr conduit à la possibilité de former des composés stables d'Al-Zr, à haute température, composés entourés par $\alpha(Al)$ (l'aluminium peut dissoudre une grande quantité de Mg), en réduisant la quantité de composés Al-Mg présents dans les zones a1, a2, et b1, b2. L'ajout de Zr dans le bain fondu (figure 28c,d) manifeste toujours un affinage de la microstructure de solidification, grâce à une augmentation du nombre de centres de cristallisation.

Une analyse EDS moyenne (tableau 4.9) sur les zones microstructurales de la figure 4.28, a été faite, pour les cordons avec et sans ajout de Zr. La teneur moyenne de Mg (30%) et d'Al (~60%) ne change pas même si la cristallisation est très différente. Les mêmes tendances d'évolution, de compositions chimiques par zones, sont maintenues pour les deux couples de matériaux (Al4043 / AZ31 and Al4043 / RZ5). Les zones présentées dans le tableau 4.9 peuvent être observées dans les figures 4.28 et 4.30.

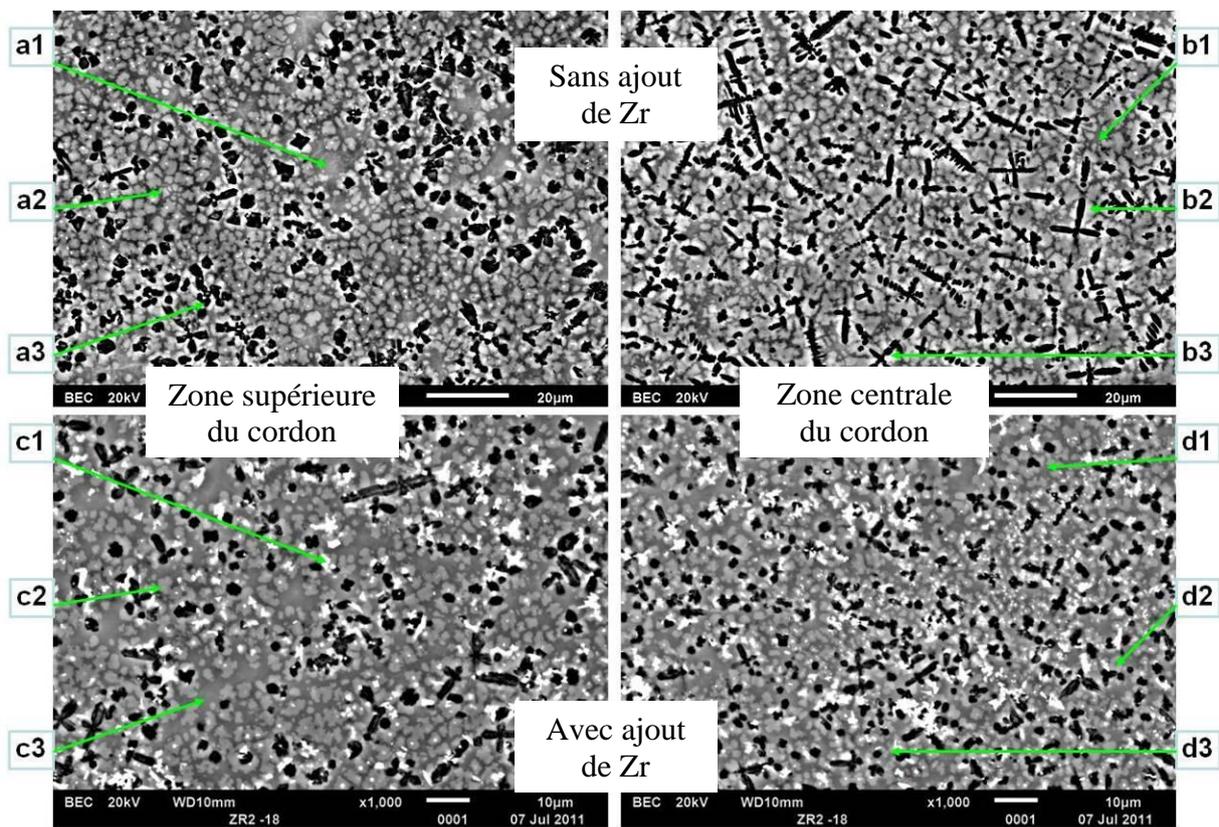


Figure 4.28 : Microstructure du couple Al4043 / RZ5 : a) sans ajout de Zr en zone supérieure du cordon; b) sans ajout de Zr en zone centrale du cordon; c) avec ajout de Zr en zone supérieure du cordon; d) avec ajout de Zr en zone centrale du cordon.

Tableau 4.9 Analyses EDS par zones

| Mat. / Zone | Al4043 / AZ31 | | | | | | | Al4043 / RZ5 | | | | | | |
|-------------------|-----------------|-------|-------------------|-----------------|-----------------|-------|-------------------|-----------------|-------|-------------------|-----------------|-----------------|-------|-------------------|
| | Avec Zr % poids | | | | Sans Zr % poids | | | Avec Zr % poids | | | | Sans Zr % poids | | |
| | Mg % | Al % | Zr% | Si % | Mg % | Al % | Si% | Mg % | Al % | Zr% | Si % | Mg % | Al % | Si% |
| 1 | 30-37 | 62-68 | 0,25 - 0,68 | 0,2 - 0,7 | 32-34 | 64-67 | ~0,2 | 31-37 | 62-66 | 0,02 - 0,15 | 0,2 - 0,7 | 31-35 | 65-67 | 0,2-0,4 |
| 2 | 20-27 | 70-77 | 0-4,38 | 0-0,6 | 18-20 | 79-80 | 0,13 - 0,17 | 19-25 | 73-81 | 0,12 -0,3 | 0,3 - 0,4 | 19-21 | 79-80 | 0,13 - 0,14 |
| 3 | 34-48 | 25-41 | 0-0,3 | 17-27 | 40-44 | 36-40 | ~16 | 34-46 | 25-55 | 0,08 - 0,26 | 10-27 | 41-45 | 38-41 | 14-18 |
| 4 | 13-23 | 49-53 | 13-28 | 0,8 -1 | - | | | 14-25 | 46-51 | 14-35 | 1-5 | - | | |

Selon le diagramme binaire Al-Mg et l'analyse EDS (tableau 4.9), l'évolution des composés est présumée en corrélation avec la microstructure (figure 4.29).

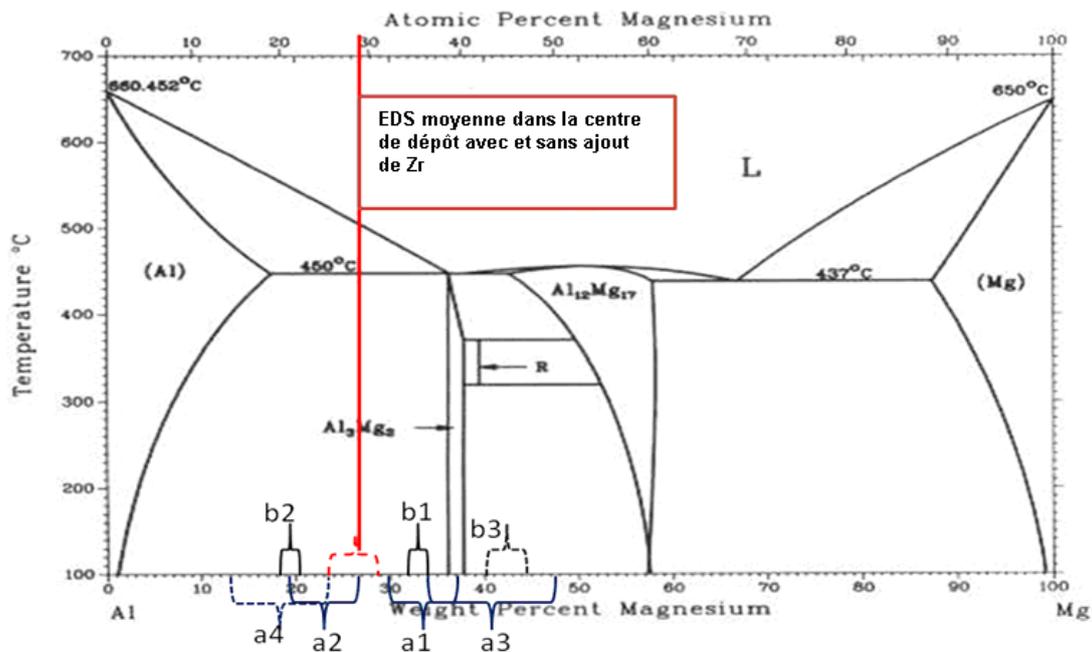
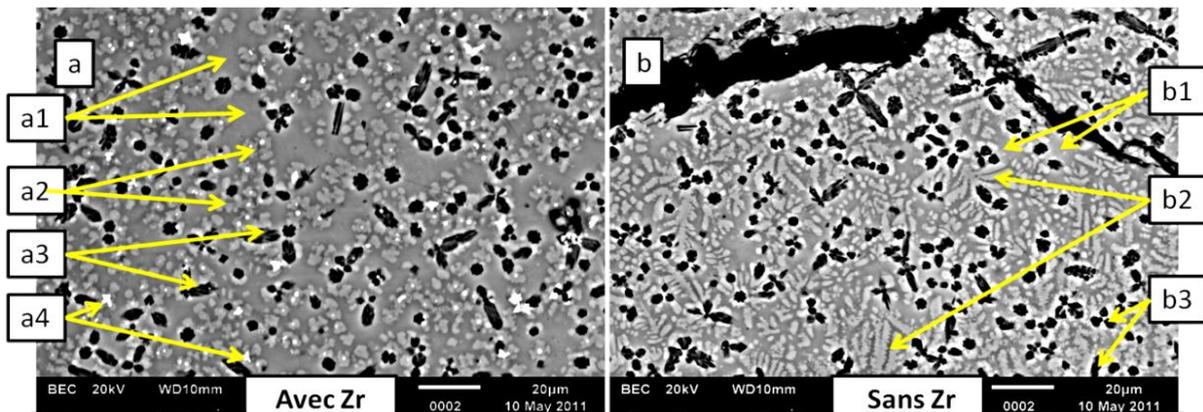


Figure 4.29 : Diagramme binaire Al/Mg avec la disposition des résultats d'analyse EDS dans la centre de dépôt : avec Zr (a1-a4) ; sans ajout de Zr (b1- b3).

Les zones a1 b1 et a2, b2 présentent une forte teneur en composés intermétalliques β . Avec l'ajout de Zr, dans les zones a1, b1 et a2, b2 des composés stables Al-Zr peuvent être formés aux hautes températures, entourés de solution solide $\alpha(\text{Al})$, en limitant la formation des intermétalliques d'Al-Mg.

Quant à la figure 4.30, elle montre clairement que l'ajout de Zr modifie la microstructure dans la zone fondue pour le couple Al4043/AZ31, présentant les mêmes tendances que le couple Al4043/RZ5. Il se produit une nucléation autour des particules de Zr et des bras dendritiques sont transformés dans une cristallisation presque globulaire. Les dendrites blanches (b2) sont plus évidentes dans les joints sans ajout de Zr (un manque total Zr dans le substrat de AZ31), raffinée avec l'ajout de Zr (a2).

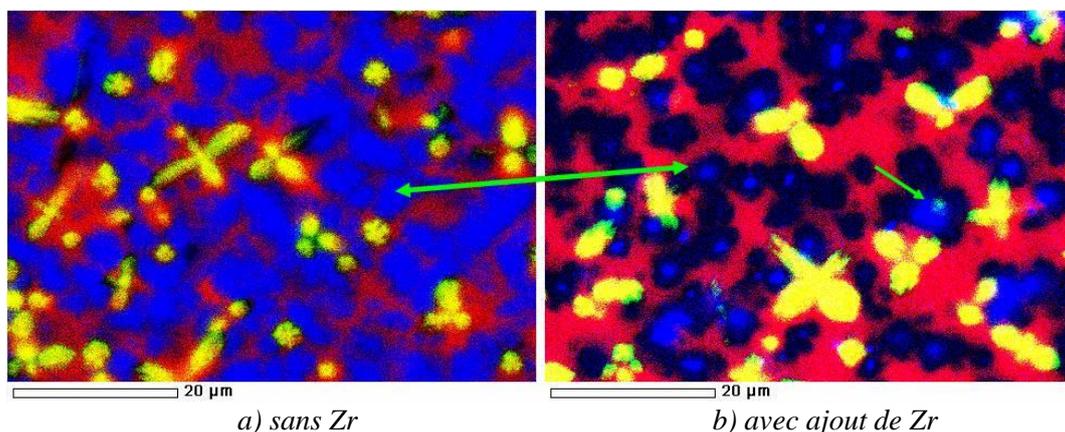


a) avec ajout de Zr

b) sans ajout de Zr.

Figure 4.30 : Microstructure du centre du cordon pour le couple AA4043 / AZ31 :

L'analyse MEB montre que la cristallisation est dirigée autour des particules de Zr (points brillants - figure 4.30a). Ces particules sont entourées de solution solide d'Al (dendrites claires - figure 4.30). Dans la zone fondue, la microstructure est modifiée avec l'ajout de Zr, où la cristallisation est dirigée autour de particules de Zr, nettement visible sur les cartographies chimiques entourées d'une solution solide $\alpha(\text{Al})$ (figure 4.31b).



a) sans Zr
b) avec ajout de Zr
Figure 4.31 : Cartographies chimiques des dépôts :

Enfin, le Zr est identifié dans la zone fondue sous différentes formes :

- particules à l'état solide (centre de cristallisation) ;
- composés intermétalliques avec Al [$ZrAl_3$ et $(\alpha(Al) + Zr)$], avec lequel il réagit en premier grâce à une faible enthalpie ;
- $(Mg) + (\alpha Zr)$ avec une faible teneur de Zr dans le magnésium (limite de solubilité 0,73% selon le diagramme binaire Mg-Zr) ;
- $(\alpha Zr) + SiZr_3$ (à 863°C), ou des phases relevant du couple Si-Zr, du fait des hautes températures de formation, par exemple, à partir de 1370°C pour Si_2Zr .

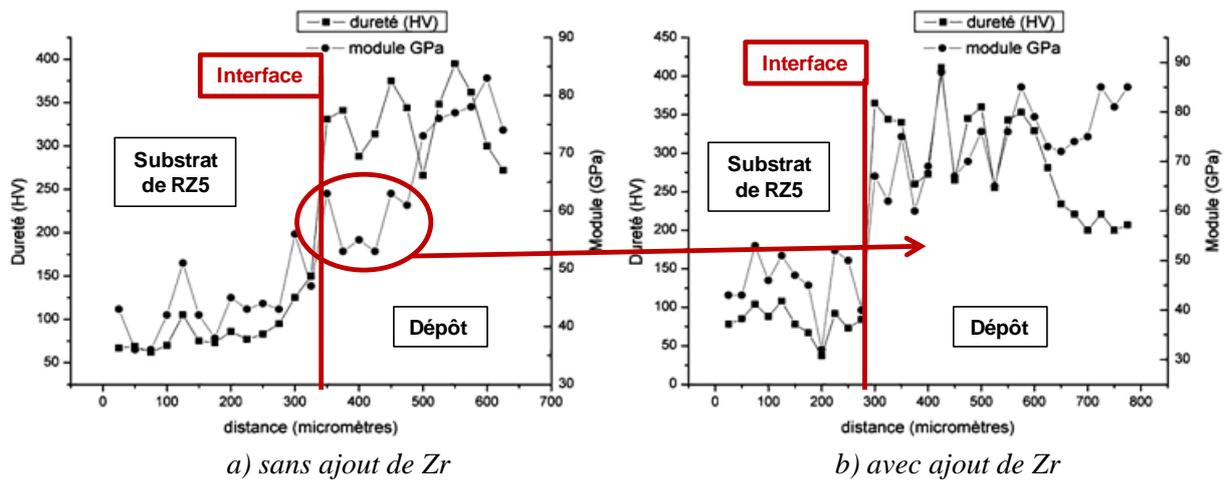
Dans le tableau 4.10, quelques propriétés de cristallisation (solidification) des Al, Mg, Zr et Si en système binaire sont présentées :

- une similarité partielle de structure cristalline peut être obtenue pour Al-Mg, Al-Zr, Mg-Zr et Mg-Si;
- Zr et Si montrent une réaction peritectique avec Mg et Al à température élevée où des composés stables Al-Zr et Mg_2Si sont formés avant la réaction eutectique d'Al avec Mg ; [Sch M – 12, Zho Y – 05, Wan T - 01]
- une enthalpie très réduite du système de réaction Al-Zr (comparativement avec Al-Mg) qui favorise la formation primaire des composés stable Al-Zr.

Tableau 4.10: Cristallisation des phases d'Al-Mg, Al-Zr et Mg-Zr

| Couples Propriétés | Al-Mg | Al-Zr | Mg-Zr | Mg-Si |
|-----------------------|-------------------------------|-----------------------------|---|---|
| Structure cristalline | CFC HC | CC CFC HC | CC HC | HC diamant CFC - CaF ₂ |
| T(°C) L/S | Eutectique: 437 ; 450 | Peritectique: 660 | Peritectique : 654 | Peritectique: 637 |
| Enthalpie (kJ/mol) | -3,59 à 11,68 [Zho Y - 05] | -36,2 à -65 [Wan T - 01] | 4,9 (L) 0,019 (bcc) 0,048 (hcp) [Arr R - 05] | -26 à 47,4 [Feu H – 97, Sch M - 12] |

Une analyse comparative de nano-indentation a été faite pour les joints avec et sans ajout de Zr (figure 4.32). Un niveau très élevé de dureté peut être observé dans les deux cas, dans la zone fondue, mais sans fluctuations importantes à cause de l'ajout de Zr, où le module élastique montre un haut niveau et une baisse de la fragilité de joint.



a) sans ajout de Zr
 b) avec ajout de Zr
Figure 4.32 : Courbes de Nano-indentation (charge de 10mN) des joints

Pour confirmer la nature de phases, nous avons recouru à l'analyse DRX dans les mêmes zones, sur les deux cordons, avec et sans Zr. Les résultats sont présentés sur la figure 4.33.

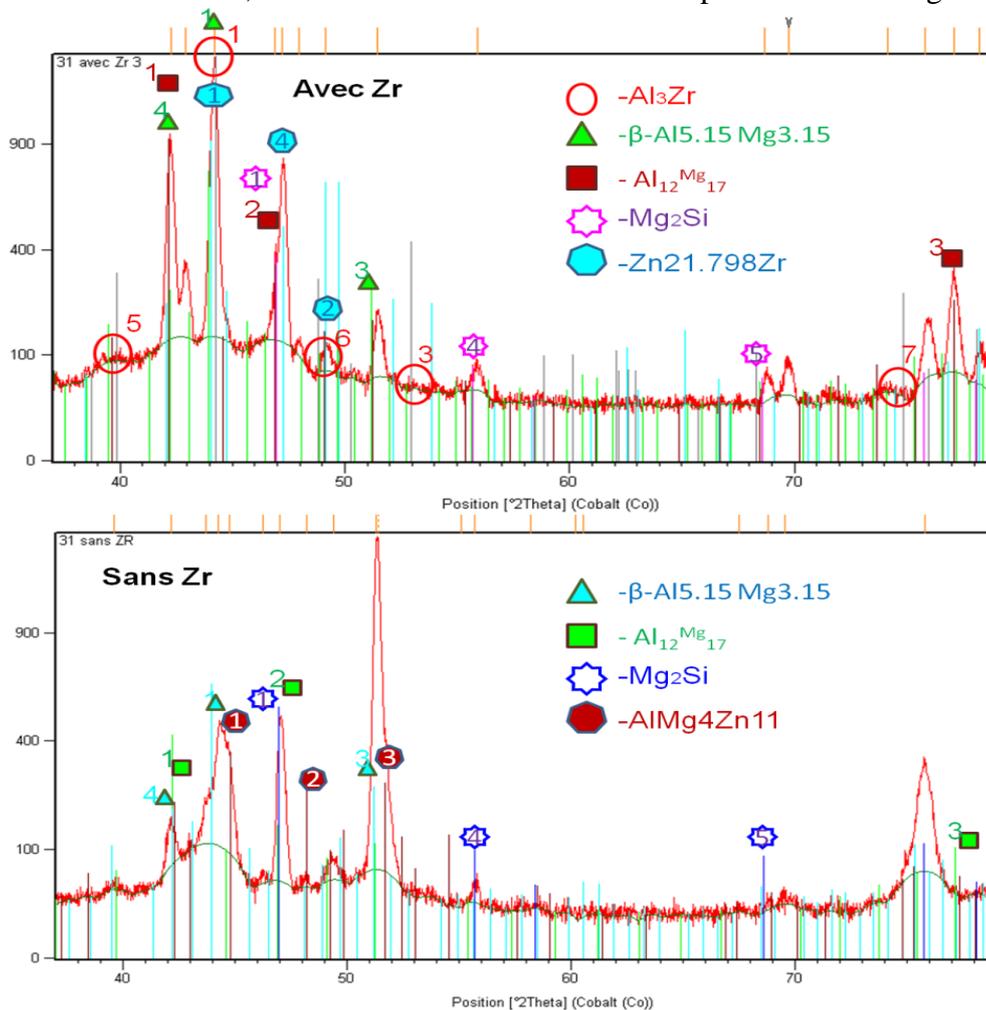


Figure 4.33 : Analyse DRX de cordons : a) avec Zr; b) Sans Zr

Grâce à une température de fusion plus élevée du Zr (1855°C) et à une enthalpie réduite des composés formés avec l'Al, la séquence de solidification est initiée par une précipitation dans le bain liquide, de cristaux d'Al₃Zr (selon le diagramme d'équilibre Al/Zr - figure 4.34) puis lorsque la température baisse, par une précipitation de particules de Mg₂Si. Ensuite l'eutectique α+Si se solidifie, entourant les précipités. Des phases ternaires Al-Mg-Si sont également possibles juste après la formation de Mg₂Si, mais elles ne sont pas validées par l'analyse des diagrammes de diffraction des rayons X (la quantité est certainement trop faible

pour être détectée). Ensuite, des composés intermétalliques $\beta(\text{Al}_2\text{Mg}_3)$ et $\gamma(\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17})$ et les solutions solides $\alpha(\text{Al})$ et $\alpha(\text{Mg})$ sont formés à partir de 450°C . Enfin, des phases contenant du Zn peuvent se former. Dans l'assemblage sans ajout de Zr, une phase ternaire $\text{AlMg}_4\text{Zn}_{11}$ a été identifiée, phase remplacée par une phase Zn-Zr lorsque du Zr est ajouté. En synthèse, l'ajout de Zr conduit à une microstructure fine avec une cristallisation préférentielle autour des particules de Zr, fait qui justifie l'amélioration des propriétés spécifiques des assemblages.

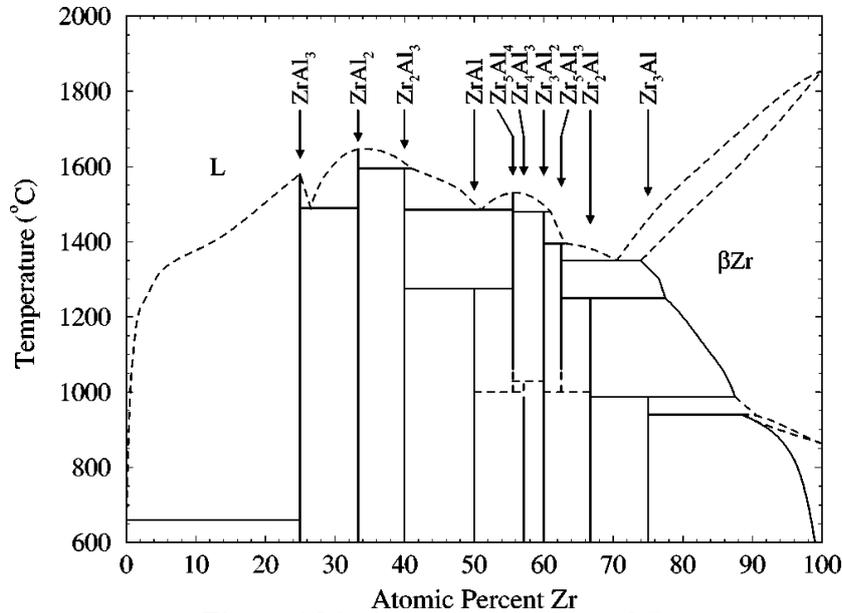


Figure 4.34 : Diagramme binaire Al-Zr

4.3.9. Éléments de compréhension sur l'influence des mouvements de convection et de la cinétique thermique dans le bain fondu

Toute la problématique semble liée à l'accumulation de composés intermétalliques dans des zones soumises à des contraintes (thermiques) lors du refroidissement. Aussi nous avons cherché à vérifier l'importance de certains phénomènes (accumulation/dispersion des composés fragiles, cinétique de refroidissement) en comparant quelques expérimentations qui visent à agir spécifiquement sur ces aspects. En effet, Hanbing, X. Jian, Deming, LI Jun-wen, Zhiwu Xu ont montré, sur des alliages moulés, un raffinage granulaire, un meilleur dégazage ainsi qu'une dispersion de composés intermétalliques lors de l'utilisation d'une agitation ultrasonique de bain.

Notre stratégie a donc été :

- de tenter d'obtenir une plus grande homogénéisation du bain, en évitant la formation de zones hétérogènes qui peuvent être riches en composés intermétalliques. Avec une agitation ultrasonore, nous recherchons une meilleure homogénéisation du bain, avec une dispersion de la couche d'interface, tout en conservant les conditions thermiques d'élaboration.
 - dans le cas du soudage, les processus thermiques sont plus rapides qu'en fonderie et l'effet du champ ultrasonore reste à démontrer.
 - la voie classique aurait privilégiée l'augmentation de la puissance laser pour renforcer les mouvements de convection, mais aurait également conduit à un plus grand volume de bain liquide, avec incorporation d'une plus grande fraction du substrat ;
- d'agir sur la vitesse de refroidissement afin d'obtenir un différentiel temporel de contraintes thermiques au niveau du cordon lors du refroidissement par des supports d'échantillon en acier et en cuivre.
- de vérifier la reproductibilité des résultats.

De façon concrète, nous avons comparé les résultats obtenus avec et sans agitation ultrasonore du bain liquide et avec ou sans pompage thermique renforcé. Les cordons ont été élaborés en suivant un plan d'expériences (tableau 4.11), qui prévoit trois facteurs d'influence sur deux niveaux.

Tableau 4.11 Programmes expérimentales exploratoires PEC2³ : Substrat en RZ5 ; Apport en Al 4043 – diamètre fil : 1,2 mm ; protection gazeuse : Ar à 20 L/min ; position focale à -15 mm, fil froid.

| N° essai | P _{LASER} (kW) | Vitesse soudage (m/min) | Vitesse fil (m/min) | Observations |
|----------|-------------------------|-------------------------|---------------------|----------------------------|
| 1 | 2 | 2 | 2 | Essais de reproductibilité |
| 2 | 2 | 1,5 | 1,5 | |
| 3 | 2 | 2,5 | 1,5 | |
| 4 | 2 | 2,5 | 2,5 | |
| 5 | 2 | 1,5 | 2,5 | |
| 6 | 2 | 2,5 | 2,5 | |
| 7 | 2,5 | 2,5 | 1,5 | |
| 8 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | |
| 9 | 2 | 2 | 2 | US |
| 10 | 2 | 1,5 | 1,5 | |
| 11 | 2 | 2,5 | 1,5 | |
| 12 | 2 | 2,5 | 2,5 | |
| 13 | 2 | 1,5 | 2,5 | |
| 14 | 2 | 2,5 | 2,5 | |
| 15 | 2,5 | 2,5 | 1,5 | |
| 16 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | |
| 17 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | Pompage thermique |
| 18 | 2 | 1,5 | 1,5 | |
| 19 | 2 | 2,5 | 1,5 | |
| 20 | 2 | 2,5 | 2,5 | |
| 21 | 2 | 1,5 | 2,5 | |
| 22 | 2 | 2,5 | 2,5 | |
| 23 | 2,5 | 2,5 | 1,5 | |
| 24 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | |

L'analyse comparative (figure 4.35 et tableau 4.12) montre, d'une part, l'effet bénéfique de l'agitation ultrasonore en comparant les essais (a) et (b) et, d'autre part, l'effet négatif d'un refroidissement rapide (essais (d) et (f)).

Au niveau micrographique, l'effet d'homogénéisation et de dispersion des composés intermétalliques est plus marqué en utilisant des ultrasons (figure 4.35) et la fissuration peut être évitée.

Tableau 4.12 Paramètres opératoires des dépôts à énergies maximale et minimale (Al4043 / RZ5)

| N° | P (kW) | V _s (m/min) | V _f (m/min) | E (J/m) (Laser) | E/V _f (Js/m ²) (Laser) | Mode | Observations |
|----|--------|------------------------|------------------------|--------------------|---|-------|-------------------------|
| a | 2 | 1,5 | 1,5 | 80.10 ³ | 320.10 ⁴ | Laser | Fiss. à l'interface |
| b | 2 | 1,5 | 1,5 | | | US* | Sans fiss. |
| c | 2 | 1,5 | 1,5 | | | PT** | Fiss en coins de cordon |
| d | 2 | 2,5 | 2,5 | 48.10 ³ | 115.10 ⁴ | Laser | Sans fiss. |
| e | 2 | 2,5 | 2,5 | | | US* | Sans fiss. |
| f | 2 | 2,5 | 2,5 | | | PT** | Fiss. à l'interface |

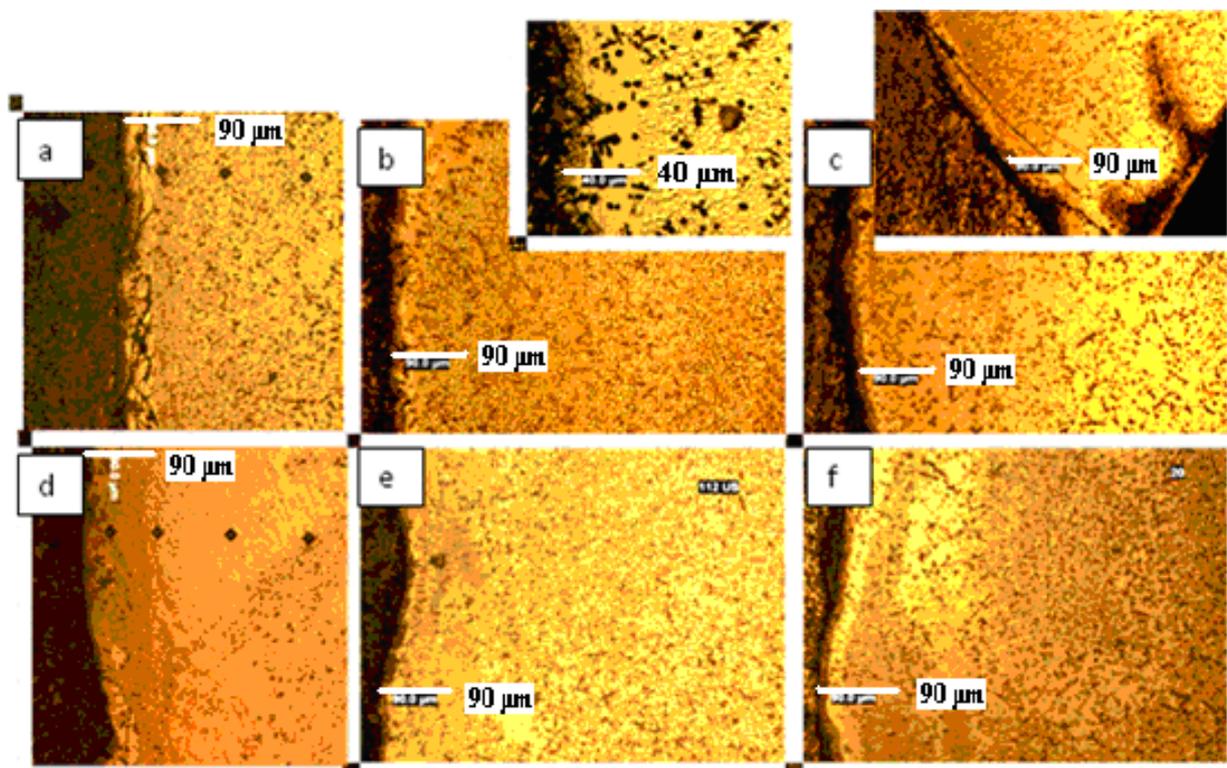


Figure 4.35 : Microstructure zone bas de cordons: a et d) en soudage laser ; b et e) en laser avec ultrasons ; c et f) pompage thermique fort

La microstructure des interfaces est illustrée en figure 4.36. Il est à noter que seule l'élaboration du cordon avec agitation ultrasonore permet d'obtenir un cordon sain lorsque les conditions énergétiques les plus fortes sont choisies. Le cordon présente une meilleure homogénéité et l'interface est saine.

Le pompage thermique puissant conduit à des cordons fissurés dans toutes les zones du programme expérimental systématique, probablement à cause d'une augmentation des contraintes liées au refroidissement. Par ailleurs, l'apparition d'une nouvelle zone à l'interface est visible en c1 et f1 sur la figure 4.36. La microstructure est stratifiée dans toute la zone fondue, ce qui montre une faible convection, vraisemblablement liée à la solidification rapide.

La figure 4.37 montre les profils d'évolution de la teneur en aluminium et en magnésium dans les dépôts élaborés avec agitation ultrasonore (b et e) ou pompage thermique élevé (c et f), dans deux zones de couple paramétrique (tableau 4.11). Il s'agit des analyses EDS réalisées sur les échantillons présentés sur les figures 4.35 et 4.36.

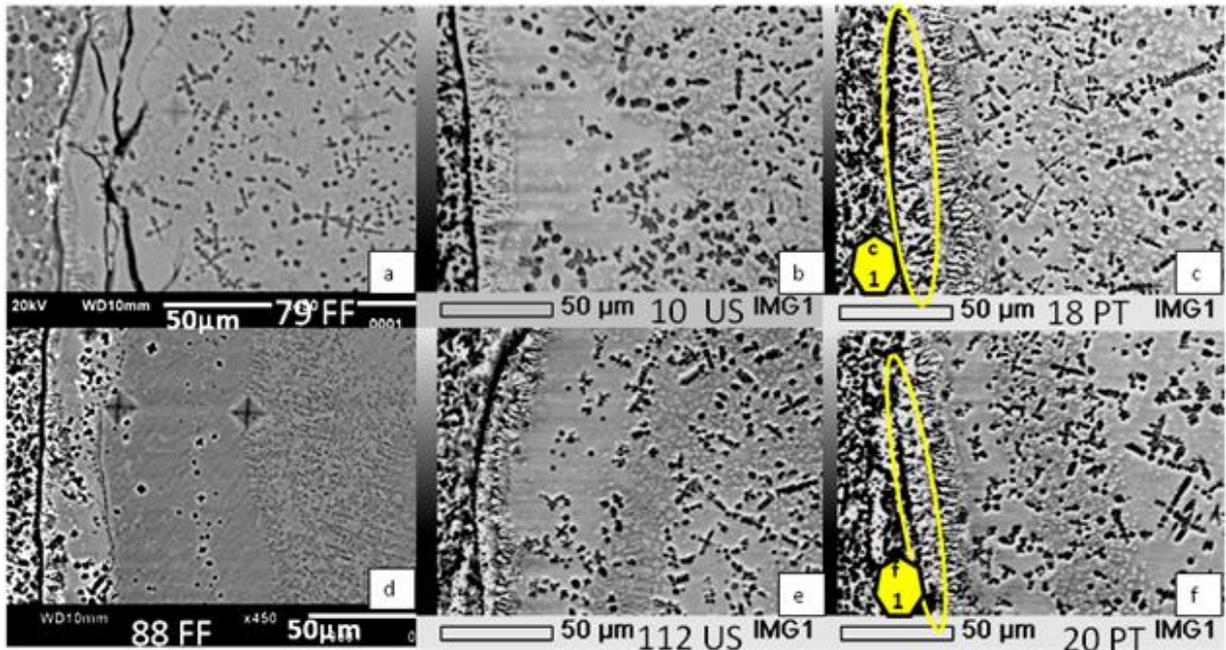


Figure 4.36 : Micrographies de la zone d'interface : a) et d) en soudage laser ; b) et e) en laser avec ultrasons ; c) et f) avec pompage thermique fort

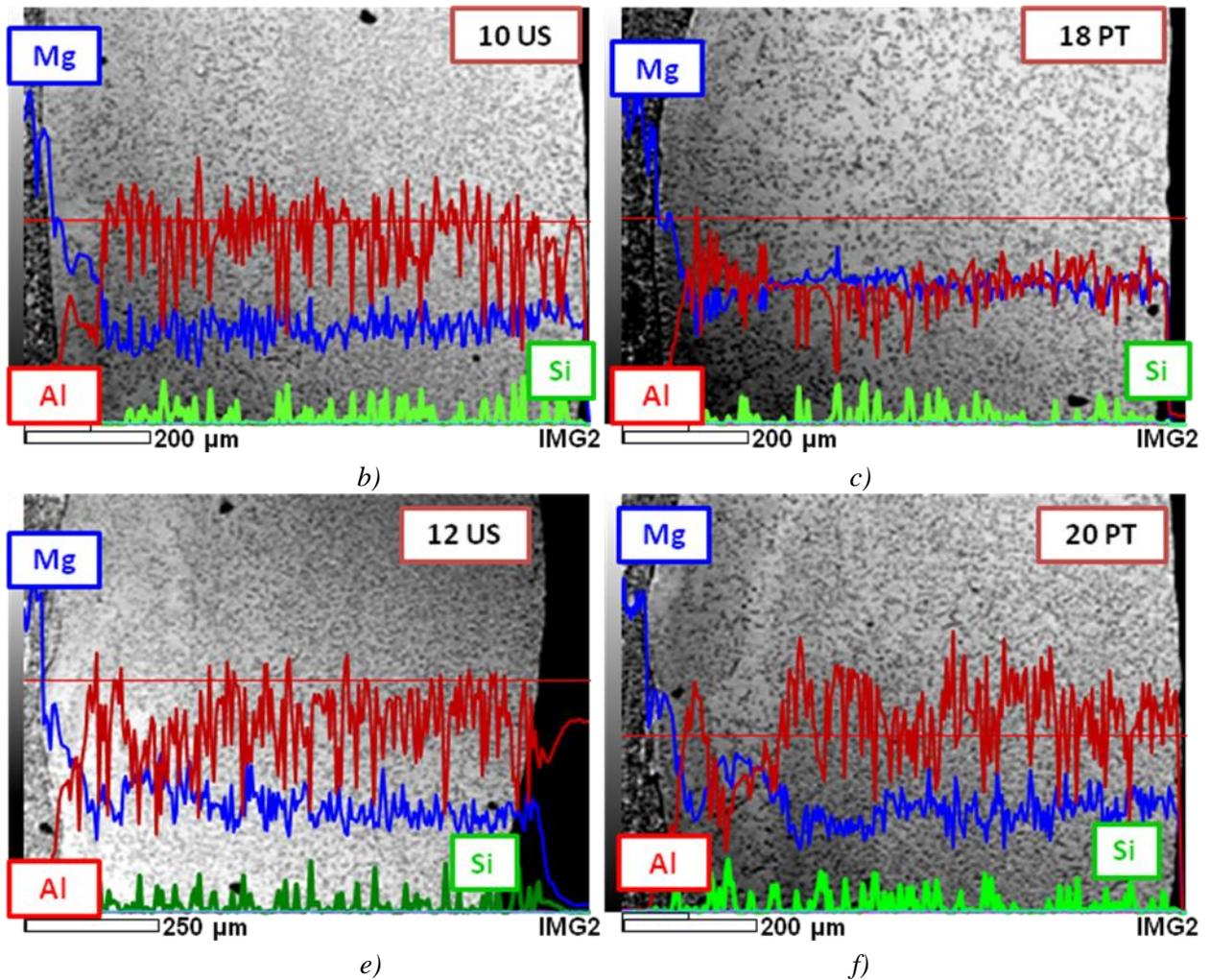


Figure 4.37 : Analyse chimique EDS de dépôts : b) et d) en laser avec ultrasons c) et f) avec pompage thermique fort

Même si la dispersion microscopique est plus importante pour les cordons obtenus avec agitation ultrasonore, les profils vus de façon macroscopique sont plus réguliers, indiquant une meilleure homogénéité à cette échelle. Dans le cas du pompage thermique fort, la fissuration peut probablement être liée (hors les effets des contraintes) à la plus forte teneur en magnésium au niveau de l'interface, favorable à l'apparition de composés intermétalliques Al-Mg.

D'après l'étude expérimentale, il est clair que l'agitation ultrasonore du bain conduit à une amélioration de la qualité de l'interface et à une meilleure homogénéisation globale dans le cordon. Cependant, certaines conditions conduisent à la fissuration du cordon, probablement à cause des contraintes supplémentaires introduites dans la zone en cours de refroidissement. L'idéal serait d'avoir une agitation ultrasonore seulement au niveau du bain liquide pour avoir des effets très limités dans la zone en refroidissement ce qui est matériellement très difficile à réaliser.

4.4. Conclusion

La grande différence de tensions de surface entre les alliages d'Al et Mg conduit à l'apparition d'une couche d'interface, riche en composés intermétalliques et qui constitue la zone la plus exposée à la fissuration.

Il a été possible d'obtenir des cordons sains avec des conditions énergétiques variées (faible ou forte énergie linéique). La zone de travail la plus stable est celle d'énergie minimale, avec cependant quelques exceptions. En utilisant un apport en fil chaud, ces exceptions disparaissent.

La vitesse de refroidissement a une influence majeure sur la fissuration. Nous avons obtenu le meilleur dépôt avec une énergie linéique maximale. Tous les dépôts avec un pompage thermique fort ont fissuré.

L'agitation ultrasonore améliore l'homogénéité du mélange et favorise une teneur faible de Mg à l'interface et est donc à même de réduire l'accumulation localisée de composés intermétalliques. On suppose une dispersion des intermétalliques mais aussi une action sur les contraintes de refroidissement qu'il conviendrait de mieux qualifier. L'effet des ultrasons est plus évident en zone d'énergie linéique maximale.

Dans le soudage laser, la présence de Zr dans le substrat RZ5 montre une amélioration de la soudabilité en limitant la fissuration d'interface. Une possible formation des composés Al - Zr au détriment des composés Al - Mg est formulée comme une piste à explorer pour éliminer les composés d'Al-Mg.

L'influence cruciale des éléments d'alliage et de micro-alliage a été remarquée et montrée grâce à une exploration systématique d'assemblages hétérogènes Al-Mg, exploration qui a mis en jeu des facteurs d'influences chimiques (substrats, fils d'apport, ajout de Zr) et énergétiques lors d'une opération de soudage au moyen de technologies CMT ou laser. De façon générale, seul le couple (RZ5 ; AA4043) montre une bonne compatibilité.

La présence de Zr semble l'élément déterminant pour obtenir de bons résultats. Ceci semble être lié, en partie, à la formation d'une phase stable de solidification primaire Al_3Zr , qui peut avoir lieu au détriment du développement des composés intermétalliques Al-Mg. Le Zirconium réagit également comme centre de cristallisation et la microstructure du cordon obtenu avec adjonction de Zr montre une cristallisation globulaire par rapport à une structure dendritique dans les cordons sans Zr. Le raffinage de microstructure est obtenu.

CHAPITRE 5 : CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES

5.1. Résumé des travaux

Le but de l'étude est d'observer les effets déterminés par les FI discutés et de proposer une démarche applicable ou susceptible d'être appliquée en vue d'autres assemblages.

Une étude bibliographique sur les problématiques et les techniques d'assemblages hétérogènes existantes et le cas particulier de l'Al-Mg a été effectué. Les méthodes adaptées à l'assemblage hétérogène vont du soudage par fusion avec énergie concentrée à des procédés par brasage, collage, procédés hybrides et soudage par friction et malaxage à l'état solide – FSW. Les principaux problèmes liés à la création d'une liaison métallurgique hétérogène due à la formation de phases intermétalliques dures et fragiles sont aussi regardées.

Une exploration systématique par plans d'expériences a été mise en place pour l'assemblage hétérogène Al-Mg par des procédés par fusion. L'exploration s'est surtout focalisée sur des procédés d'énergies concentrées : laser et CMT. La méthode d'expérimentation qui consiste à déposer des cordons d'aluminium sur des substrats de magnésium a été employée pour simplifier le système et éviter la problématique de double interface d'assemblage dissimilaire d'alliages d'aluminium et magnésium. Pour l'assemblage par laser, une technique qui s'apparente au soudo-brasage et qui consiste à apporter de l'énergie à l'aide d'un faisceau laser au niveau du substrat ainsi que sur le fil d'apport est mis en œuvre. Afin de favoriser le soudage par conduction et éviter le soudage en key-hole puisque nous souhaitons minimiser la dilution du matériau d'apport dans le substrat, l'exploration systématique est faite avec une tache laser défocalisée. Le soudage CMT est une technique d'assemblage qui dérive d'un procédé classique de soudage par arc électrique (GMA) automatisé avec un contrôle d'avance du fil d'apport et avec une faible énergie linéique, présentant une bonne applicabilité au soudobrasage. La recherche a mis en jeu des facteurs d'influences chimiques (substrats, fils d'apport, ajout de Zr), énergétiques (source énergétique, paramètres opératoires, préchauffage de fil d'apport), thermique (pompage thermique) et une agitation de bain par ultrasons. Les matériaux pour l'analyse exploratoire ont été choisis d'une manière programmée. Les substrats de magnésium (RZ5 et AZ31) ont été fixés par rapport à leurs compositions chimiques, leurs propriétés thermiques et mécaniques, pour qu'ils présentent des caractéristiques différentes. Le fil d'apport pour l'analyse exploratoire a été recherché pour qu'il ait une bonne compatibilité avec un de deux matériaux du substrat et qu'il se prête au soudobrasage. Ainsi, des fils d'alliage d'aluminium (Al4043 et Al5356) ont été choisis, car par exemple, après une analyse préliminaire, les fils à base de Zn (aussi envisagés) sur substrats base magnésium ont montré une forte incompatibilité.

Suite à l'analyse systématique qui montre un meilleur comportement du substrat RZ5 (alliage contenant de 0,4-1% Zr) et de l'effet du zirconium selon la bibliographie, dans un système chimique et phénoménologique complexe pour l'amélioration du comportement des alliages de magnésium et d'aluminium, une étude sur l'ajout de zirconium a été menée.

Pour l'assemblage laser, une vibration ultrasonore de plaque a été mise en œuvre pour étudier la possibilité de modifier les mouvements dans le bain, de limiter la formation ou l'accumulation des phases fragiles. Par ailleurs, une solution de modification des conditions des vitesses de refroidissement par un pompage thermique plus rapide obtenue par l'utilisation d'un support de plaques de cuivre.

5.2. Conclusion

De façon générale, seul le couple Al4043 / RZ5 montre une bonne compatibilité. Le fil d'apport d'aluminium Al4043 a été assemblé avec succès avec le substrat de magnésium RZ5 lors d'une opération de soudage au moyen de technologies CMT et laser.

L'influence cruciale des éléments d'alliage et de micro-alliage a été remarquée et montrée grâce à une exploration systématique. La présence de Zr semble l'élément déterminant, avec un régime énergétique favorable, pour obtenir de bons résultats. En effet, les expérimentations d'ajout de zirconium (par laser) montrent que la fissuration peut être évitée et une amélioration du dépôt (pour les mêmes conditions expérimentales). Ceci semble être lié, en partie, à la formation d'une phase stable de solidification primaire Al_3Zr , qui peut avoir lieu au détriment du développement des composés intermétalliques Al-Mg. Le Zirconium réagit également comme centre de cristallisation et la microstructure du dépôt obtenu avec adjonction de Zr montre une cristallisation globulaire par rapport à une structure dendritique dans les cordons sans Zr. Le raffinement de la microstructure est obtenu par un apport de Zr.

La grande différence de tensions de surface entre les alliages d'Al et Mg associée aux mouvements des fluides dans la zone fondue, conduit à l'apparition d'une couche d'interface, riche en composés intermétalliques et qui constitue la zone la plus exposée à la fissuration, qui est la principale responsable de l'échec des assemblages. Elle est fortement influencée par :

- la composition chimique (élément d'alliage) dans le substrat,
- son épaisseur,
- son comportement à la fissuration et à la porosité.

Avec l'analyse EDS et en se référant au diagramme binaire Al-Mg, validée par des analyses DRX, nous avons montré l'existence des composés intermétalliques (Mg_2Al_3 et $Mg_{17}Al_{12}$) à l'interface dissimilaire, entre le bain fondu et le substrat. Sans un ajout de Zr, la composition chimique de la zone de couche d'interface n'est pas liée aux FI étudiées, étant toujours dans la zone des intermétalliques d'Al/Mg. Aussi, les microstructures de zone fondue ont été identifiées comme étant constituées principalement des phases (Al) + Mg_2Al_3 et Mg_2Si , pour le couple Al4043/RZ5. La phase $Mg_{17}Al_{12}$ est aussi possible dans la zone fondue, dans les zones des îlots, ou avec une solidification hors d'équilibre.

La couche intermétallique d'interface ne peut pas être neutralisée mais son épaisseur peut être contrôlée pour la réduire au minimum par l'utilisation d'une énergie minimale qui doit cependant être suffisante pour fondre le substrat. Aussi une source d'énergie concentrée, comme la source laser, permet des cinétiques de chauffage et de solidification plus grandes qu'avec une source CMT, même si cette dernière dispose d'une méthode complètement nouvelle de détachement des gouttelettes du fil d'apport avec un apport de chaleur très bas. Avec la source laser, il en résulte que la durée pendant laquelle les métaux liquides réagissent est plus faible, ce qui conduit à un volume de composés intermétalliques formé plus faible. Ceci s'exprime notamment par une épaisseur plus faible de couche de composés intermétalliques présente à l'interface substrat/dépôt. Pour les meilleurs dépôts, cette épaisseur peut être inférieure à 20 μm avec le laser alors qu'elle est toujours supérieure à 30 μm (jusqu'à 100 μm) avec le procédé CMT (pour les dépôts sains).

Les résultats obtenus dans les tentatives de soudo-brasage (CMT et laser) montrent que les dépôts se détachent dans la zone d'interface, lors du refroidissement. La rupture est fragile et avec des porosités localisées. La phénoménologie peut être expliquée par la pression négative qui peut être créée à l'interface hétérogène par la différence de tension de surface ($\gamma_{Al}=914$; $\gamma_{Mg}=559$ mN/m), qui peut conduire à des phénomènes de cavitation avec un développement des pores et associée avec la solidification et le refroidissement rapide. Du fait d'une conductibilité thermique élevée et de la différence de coefficients d'expansion linéaire ($\alpha_{Mg}=25,5 \cdot 10^{-6} K^{-1}$; $\alpha_{Al}=24 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ – qui donnera des tensions inégales au refroidissement), les vides formés et les pores peuvent être bloqués vers l'interface et les contraintes sont

augmentées dans la zone intermétallique causant le détachement des dépôts. Une autre raison est la présence de l'oxyde de magnésium qui ne peut pas être réduit par l'aluminium fondu.

Pour les dépôts par CMT, le niveau de dureté des différentes zones des cordons est comparable pour les dépôts sains. Le couple Al4043 / RZ5 montre un niveau plus bas de dureté au niveau de la zone fondue (autour 100HV) et une meilleure homogénéité. A l'interface, la dureté reste toujours élevée (270-350) à cause des composés intermétalliques.

Pour les dépôts Al4043 / RZ5 par laser, on remarque deux situations dépendantes du préchauffage de fil. Le plus bas niveau de dureté d'interface est enregistré en fil chaud (210 HV) dans la zone de coefficient énergétique E_l/V_f minimale. Dans la zone fondue, l'évolution de dureté est plus irrégulière pour les mêmes conditions opératoires. Des fluctuations marquante de dureté (jusqu'à 150HV) dues aux accumulations des intermétalliques, sont influencées principalement par la zone énergétique et par les interactions entre les paramètres opératoires. Les duretés des assemblages sains atteignent un maximum de 310HV au niveau de l'interface.

Généralement, les « meilleurs résultats » sont définis pour les dépôts sans fissuration, qui montrent un niveau faible et homogène de dureté (autour 100-150 HV) en cordon et une épaisseur minimale de la couche d'interface (20 μ m), car la dureté d'interface est toujours élevée.

Dans une analyse comparative de nano-indentation pour les cordons obtenus avec le laser avec et sans ajout de Zr, un niveau très élevé de dureté est observé dans les deux cas, dans la zone fondue, mais sans fluctuations importantes lors de l'ajout de Zr. Le module d'élasticité est suffisamment réduit (comparativement avec Mg - 47,7GPa) dans la zone d'interface (55-65 GPa) pour le joint sans ajout de Zr, pour une dureté élevée (300-350HV). Pour le joint avec ajout de Zr, le module d'élasticité à l'interface est augmenté (65-75 GPa) pour des niveaux de duretés autour de 350 HV. Au niveau du cordon le module est entre 70-90 GPa pour une dureté moyenne de zone fondue autour de 350 HV.

Un indicateur de fragilité de couche d'interface est l'amorçage de fissures lors d'une indentation de microdureté pour une charge de 25 grammes, même pour les assemblages sains, et avec les deux procédés d'assemblage.

Pour les dépôts par CMT, la présence de porosités est particulièrement importante pour les substrats en alliage en AZ31, contrairement aux cordons réalisés avec un substrat en RZ5 et ce pour des conditions de réalisation similaires.

Dans le cas de l'assemblage par laser, les valeurs de l'énergie linéique qui permettent d'obtenir des dépôts sont autour de 62 kJ/m alors que pour le procédé CMT, elles se situent autour de 46 kJ/m. L'énergie linéique incidente issue du laser a une valeur maximale qui permet d'obtenir des cordons en bonne santé de l'ordre de 80 kJ/m alors qu'elle est limitée à 61 kJ/m avec le CMT. Ceci met en évidence l'importance du couple (énergie, temps).

Dans la relation de l'énergie linéique incidente laser, la vitesse de fil d'apport et l'énergie de préchauffage de fil ne sont pas prises en compte. Dans ces conditions, on propose d'utiliser un nouveau paramètre plus complexe (coefficient de caractérisation énergétique), représenté par le coefficient E_l / V_f , qui nous fournit des informations sur l'énergie linéique totale (laser et fil chaud) utilisée, tout en tenant compte aussi du débit de fil d'apport pour réaliser le dépôt.

Avec ce coefficient, nous avons une meilleure mise en évidence des zones des programmes exploratoires présentant une tendance à la fissuration ou non, puisque permettant de mieux discriminer les résultats lorsque l'énergie linéique a les mêmes valeurs mais conduit à un comportement différent à la fissuration. Pour la valeur minimale de « E_l/V_f » (128.10⁴.Js/m² en fil chaud), on remarque le meilleur comportement pour le couple de matériaux Al4043/RZ5. La valeur minimale de « E_l/V_f » représentant la meilleure combinaison de facteurs des dépôts sans fissures) se traduit par une puissance laser réduite, une vitesse de soudage élevée et une vitesse de fil d'apport élevée. La zone de valeur minimale pour le coefficient E_l / V_f , représente la zone avec le cycle thermique plus court. Le couple de

matériaux 14043 / RZ5 montre un cycle thermique plus court pour une soudure saine, pour la zone énergétique minimale, comparativement au substrat de AZ31, pour les mêmes conditions opératoires.

La vitesse de refroidissement a une influence majeure sur la fissuration. Tous les dépôts avec un pompage thermique fort ont fissuré. Dans ce cas, le meilleur dépôt a été obtenu pour une énergie linéique maximale.

La dilution ne reflète pas le comportement général de l'assemblage parce que les dépôts ont un degré d'homogénéité très différent, dépendant de la convection.

L'agitation ultrasonore améliore l'homogénéité du mélange et est donc à même de réduire l'accumulation localisée de composés intermétalliques. On suppose qu'il se produit une dispersion des intermétalliques mais aussi une action sur les contraintes de refroidissement qu'il conviendrait de mieux appréhender.

5.3. Perspectives

L'ajout de Zr semble une direction à suivre grâce à la diminution de la fissuration. Une méthode pour amener le Zr à l'interface plus efficace devra être imaginée pour maîtriser l'interface hétérogène. Une possibilité serait de créer un fil fourré avec une teneur élevée de Zr, spécialement développé pour les assemblages Al/Mg.

Une autre piste à suivre est l'agitation ultrasonore du bain par un système ultrasonique spécialement développé car des raffinages granulaire et dispersions des intermétalliques peuvent être atteints. Il s'agirait de s'approcher au plus près de la zone liquide pour être vraiment efficace.

Une caractérisation plus fine de la microstructure de l'interface par MET (microscope électronique par transmission) peut nous permettre de déterminer plus précisément les phases au niveau de la zone problématique.

Ainsi, pour mieux comprendre la phénoménologie de formation de la couche d'interface une simulation thermo-hydraulique peut permettre de visualiser les mouvements de convection et d'estimer le gradient thermique à l'interface.

BIBLIOGRAPHIE :

1. **[Arr R - 05]** R. Arroyave, D. Shi, Z.K. Liu; Modification of the thermodynamic model for the Mg–Zr system; *Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry* 29 (2005) 230–238;
2. **[Art B - 10]** Ben-Artzy, A. Sternb, N. Frage, V. Shribman, O. Sadot, Wave formation mechanism in magnetic pulse welding, *Impact Engineering* (2010) 397-404;
3. **[ASM - 92]** Alloy phase diagram; vol. 3, ASM International; The Materials Information Society 1992;
4. **[Arn K - 01]** Arne K. Dahle, Young C. Lee, Mark D. Nave, Paul L. Schaffer, David H. StJohn, Development of the as-cast microstructure in magnesium-aluminium alloys, *Journal of Light Metals* 1 (2001) 61-72;
5. **[Abd K - 09]** Kamel Abderrazak, Wassim Kriaa, Wacef Ben Salem, Hatem Mhiri, Georges Lepalec, Michel Autric, Numerical and experimental studies of molten pool formation during an interaction of a pulse laser (Nd:YAG) with amagnesiumalloy, *Optics & Laser Technology* 41 (2009) 470–480;
6. **[Alu – 93]** ASM Special Handbook, Aluminum and Aluminum alloys, ASM International, 1993;
7. **[Bor R – 05]** Rattana Borrisutthekul, Yukio Miyashita, Yoshiharu Mutoh, Dissimilar material laser welding between magnesium alloy AZ31B and aluminum alloy A5052-O; *Science and Technology of Advanced Materials*, Volume 6, Issue 2, March 2005, Pages 199-204;
8. **[Bar S - 04]** S. Barbagallo, H.I. Laukli, O. Lohne, E. Cerri, Divorced eutectic in a HPDC magnesium–aluminum alloy, *Journal of Alloys and Compounds* 378 (2004) 226–232;
9. **[Bro N - 96]** Norbert BROLL, Caractérisation de solides cristallisés par diffraction X, *Techniques de l'Ingénieur, traité Analyse et Caractérisation* (1996);
10. **[Bir N - 09]** Birbilis N., Easton M.A., Sudholz A.D., Zhu S.M., Gibson M.A., On the corrosion of binary magnesium-rare earth alloys, *Corrosion Science* (2009);
11. **[Cro C - 05]** C.E. Cross, On the Origin of Weld Solidification Cracking ; Department of Metallurgical & Materials Engineering, Montana Tech of the University of Montana, USA 2005;
12. **[Che Y - 09]** Chengwu Yao, Binshi Xu, Xiancheng Zhang, Jian Huang, Jun Fu, Yixiong Wu, Interface microstructure and mechanical properties of laser welding copper–steel dissimilar joint, *Optics and Lasers in Engineering – 2009*;
13. **[Cao G - 06]** G. Cao, S. Kou : Hot cracking of binary Mg–Al alloy castings, Department of Materials Science and Engineering, University of Wisconsin-Madison, Madison, WI 53706, United States; *Materials Science and Engineering A* 417 (2006) 230–238;
14. **[Con N – 08a]** N. Coniglio, C.E. Cross : Weld Parameter and Minor Element Effects on Solidification Crack Initiation in Aluminium. Federal Institute for Materials Research and Testing, Berlin, Germany, Springer 2008;
15. **[Con N – 08b]** Nicolas Coniglio, Aluminum Alloy Weldability: Identifi cation of Weld Solidifi cation Cracking Mechanisms through Novel Experimental Technique and Model Development, BAM Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung, these 2008;

16. **[Cic E – 05a]** Cicala E, Metoda experimentelor factoriale (La méthode des expériences factorielles), Editura Politehnica - Timisoara 2005;
17. **[Cic E – 05b]** E. Cicală, G. Duffet, H. Andrzejewski, D. Grevey, S. Ignat; Hot cracking in Al–Mg–Si alloy laser welding – operating parameters and their effects; Materials Science and Engineering A, Volume 395, Issues 1-2, 25 March 2005, Pages 1-9;
18. **[CIC E - 07]** Cicala E, La méthode des plans d'expériences appliquée aux procédés laser étude de cas : le soudage laser des alliages d'aluminium, LASERAP' 6 - 2007;
19. **[Cao X – 06]** X. Cao, M. Jahazi, J.P. Immarigeon, W. Wallace; A review of laser welding techniques for magnesium alloys; Journal of Materials Processing Technology, Volume 171, Issue 2, 20 January 2006, Pages 188-204;
20. **[Cro C - 11]** Carl E. Cross, N. Coniglio, P. Schempp, M. Mousavi, Critical Conditions for Weld Solidification Crack Growth, Federal Institute for Materials Research and Testing, Berlin, Germany, J. Lippold et al. (eds.), Hot Cracking Phenomena in Welds III, DOI 10.1007/978-3-642-16864-2_2, Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2011;
21. **[Cho D - 11]** Don-Hyun Choi, Byung-Wook Ahn, Chang-Yong Lee, Yun-Mo Yeon, Keun Song, Seung-Boo Jung, Formation of intermetallic compounds in Al and Mg alloy interface during friction stir spot welding, Intermetallics 19 (2011) 125-130;
22. **[Cra H - 12]** H. Cramer, D. Böhme, L. Baum, M. Dudziak, Overview of modern arc processes and their metal transfer methods in the case of GMA welding, SLV München, The 6th International Conference – Innovative technologies for joining advanced materials (2012);
23. **[Dan J - 09]** DANG Jing-zhi, HUANG Yu-feng, CHENG Jun : Effect of Sc and Zr on microstructures and mechanical properties of as-cast Al-Mg-Si-Mn alloys; Transaction of Nonferrous Metals Society of China 2009 ;
24. **[Dar M – 01]** M.S. Dargusch M., Nave S.D. McDonald, D.H. StJohn, The effect of aluminium content on the eutectic morphology of high pressure die cast magnesium–aluminium alloys, Journal of Alloys and Compounds 492 (2010) L64–L68 ;
25. **[Deh D - 08]** D. Dehelean, R. Cojocaru, L. BoŃilă, B. Radu, Friction stir welding of aluminum magnesium dissimilar joints, International Conference “WELDING 2008” ,Subotica (Serbia), June 4-6, 2008;
26. **[Ege S - 07]** Stephan Egerland, FRONIUS International GmbH, Welding Technology Division, Wels/Austria, Improving welding-quality and reducing costs by using the CMT-welding process under pure co2-shielding-gas, IIW Doc. No. XII-1933-07 ;
27. **[Fan X - 09]** X.Y. Fang, D.Q. Yi, J.F. Nie, X.J. Zhang, B. Wang, L.R. Xiao : Effect of Zr, Mn and Sc additions on the grain size of Mg–Gd alloy; Journal of Alloys and Compounds 470 (2009) 311-316 ;
28. **[Feu H - 97]** Harald Feufel, Tilo Gödecke, Hans Leo Lukas, Ferdinand Sommer; Investigation of the Al-Mg-Si system by experiments and thermodynamic calculations; Journal of Alloys and Compounds Volume 247, Issues 1–2, 30 January 1997, Pages 31–42 ;
29. **[Goe S - 05]** S. F. Goecke, EWM Mündersbach – Germany, Low energy arc joining process for materials sensitive to heat, EWM HIGHTEC WELDING GmbH 2005 ;
30. **[Gao L - 09]** L. Gao, R.S. Chena, E.H. Hana - Effects of rare-earth elements Gd and Y on the solid solution strengthening of Mg alloys. Journal of Alloys and Compounds, Volume 481, Issues 1-2, 29 July 2009, Pages 379-384 ;
31. **[Gul B - 08]** Behcet Gulenc, Investigation of interface properties and weldability of aluminum and copper plates by explosive welding method, *Materials & Design, Volume 29, Issue 1, 2008, Pages 275 - 278 ;*
32. **[Haj E - 11]** E. Hajjari, M. Divandari, S. H. Razavi, S. M. Emami, T. Homma, S. Kamado, Dissimilar joining of Al/Mg light metals by compound casting process, J Mater Sci 2011 ;

33. **[Hay F - 11]** Fatih Hayat, The effects of the welding current on heat input, nugget geometry, and the mechanical and fractural properties of resistance spot welding on Mg/Al dissimilar materials; *Materials and Design* 32 (2011) 2476–2484 ;
34. **[Hua J - 98]** J. Y. Huang, J. Z. Jiang, H. Yasuda and H. Mori, Kinetic process of mechanical alloying in Fe₅₀Cu₅₀, *Rapid Communications* – 1998 ;
35. **[Him K - 05]** Karin Himmelbauer – Fronius International GmbH, The CMT-process – a revolution in welding technology, XII-1845-05 ;
36. **[Hor E - 06]** Horst E. Friedrich and Barry L. Mordike : *Magnesium Technology Metallurgy, Design Data, Applications - chapitre 4 (Mihriban Pekguleryuz): 4 Melting, Alloying and Refining; Springer - Verlag Berlin Heidelberg 2006 ;*
37. **[Hom T - 10]** T. Hommaa, C.L. Mendisb, K. Honob, S. Kamadoa : Effect of Zr addition on the mechanical properties of as-extruded Mg–Zn–Ca–Zr alloys; *Materials Science and Engineering A* 527 (2010) 2356–2362 ;
38. **[Hua R - 07]** R.S. Huang, L.-M. Liu, G. Song, Infrared temperature measurement and interference analysis of magnesium alloys in hybrid laser-TIG welding process, *Materials Science and Engineering A* 447 (2007) 239–243 ;
39. **[Hay F - 11]** Fatih Hayat, The effects of the welding current on heat input, nugget geometry, and the mechanical and fractural properties of resistance spot welding on Mg/Al dissimilar materials, *Materials and Design* 32 (2011) 2476–2484 ;
40. **[Ign S - 04]** Sorin Ignat, Pierre Sallamand, Dominique Grevey, Michel Lambertin, Magnesium alloys laser (Nd:YAG) cladding and alloying with side injection of aluminium powder, *Applied Surface Science* 225 (2004) 124–134 ;
41. **[Joh S - 03]** St John DH, Dahle AK, Abbot T, Nave MD, Qian M Solidification of cast Magnesium Alloys *Magnesium Technology 2003*, Ed. Kaplan HI, TMS, pp. 95–100 - (2003);
42. **[Jia L - 10]** JIANG Long-tao, WU Gao-hui, YANG Wen-shu, ZHAO Yong-gang, LIU Shan-shan JIANG Long-tao, WU Gao-hui, YANG Wen-shu, ZHAO Yong-gang, LIU Shan-shan Effect of heat treatment on microstructure and dimensional stability of ZL114A aluminum alloy ;
43. **[Kos A - 09]** A. Kostka, R.S. Coelho, J. dos Santos, A.R. Pyzalla, Microstructure of friction stir welded aluminium alloy to magnesium alloy; *Accepted manuscript in Scripta Materialia* 2009 ;
44. **[Kwo Y - 08]** Y.J. Kwon, I. Shigematsu, N. Saito, Dissimilar friction stir welding between magnesium and aluminum alloys; *Materials Letters* 62 (2008) 3827–3829 ;
45. **[Kun S - 08]** D. Kundu, S. Chatterjee, D. Olson, and B. MISHRA, Interface Microstructure and Strength Properties of the Diffusion-Bonded Joints of Titanium (Cu Interlayer) Stainless Steel, *The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International* 2008 ;
46. **[Kou S - 03]** Sindo Kou : *Welding Metallurgy - Second Editions*. John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey; Published simultaneously in Canada, 2003 ;
47. **[Kha W - 10]** Walid Khalfaoui, EricValerio, Jean Eric Masse, Michel Autric, Excimer laser treatment of ZE41 magnesium alloy for corrosion resistance and microhardness improvement, *Optics and Lasers in Engineering* 48 (2010) 926–931 ;
48. **[Liu L - 06]** Liming Liu, Xujing Liu and Shunhua Liu, Microstructure of laser-TIG hybrid welds of dissimilar Mg alloy and Al alloy with Ce as interlayer, *Scripta Materialia* 55 (2006) 383–386 ;
49. **[Liu L – 07a]** Liming Liu, Jinghong Tan, Xujing Liu, Reactive brazing of Al alloy to Mg alloy using zinc-based brazing alloy; *Materials Letters* 61 (2007) 2373–2377 ;
50. **[Liu L – 07b]** Liming Liu, Heng Wang, Gang Song, Jia’nan Ye, Microstructure characteristics and mechanical properties of laser weld bonding of magnesium alloy to aluminium alloy, *J Mater Sci* (2007) 42:565–572;

51. **[Liu L – 07c]** L.-M. Liu, H.-Y. Wang and Z.-D. Zhang, The analysis of laser weld bonding of Al alloy to Mg alloy, *Scripta Materialia* 56 (2007) 473–476;
52. **[Liu L – 09a]** L.M. Liu, H.Y. Wang, The effect of the adhesive on the microcracks in the laser welded bonding Mg to Al Joint — *Materials Science and Engineering A* 507 (2009) 22–28 ;
53. **[Liu L – 09b]** L.M. Liu, L.M. Zhao, R.Z. Xu, Effect of interlayer composition on the microstructure and strength of diffusion bonded Mg/Al joint - *Materials and Design* 30 (2009) 4548–45512009;
54. **[Liu L – 10]** Liming Liu and Hongyang Wang, *Microstructure and Properties Analysis of Laser Welding and Laser Weld Bonding Mg to Al Joints*; The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International 2010 ;
55. **[Liu P - 06]** Penga Liu, Li Yajianga, Geng Haoranb, Wang Juan, Investigation of interfacial structure of Mg/Al vacuum diffusion-bonded joint; *Vacuum* 80 (2006) 395–399 ;
56. **[Liu P – 05]** Penga Liu, Li Yajianga, Geng Haoranb, Wang Juana, A study of phase constitution near the interface of Mg/Al vacuum diffusion bonding– *Materials Letters* 59 (2005) 2001–2005 ;
57. **[Liu P – 07]** Peng Liu, Yajiang Li, Haoran Geng, Juan Wang, Microstructure characteristics in Tig welded joint of Mg/Al dissimilar materials; *Materials Letters* 61 (2007) 1288–1291 ;
58. **[Lu L - 05]** Lu L, Dahle AK : Iron rich intermetallic phases and their role in casting defect formation in hypoeutectic Al-Si alloys. *Metallurgical Materials Transactions Vol.36A*: 819–835, 2005 ;
59. **[Lan J - 99]** J.F. Lancaster : *Metallurgy of welding - Sixth edition - Abington Publishing, Woodhead Publishing Limited in association with The Welding Institute, Cambridge England, 1999 ;*
60. **[Mat G - 02]** Gene Mathers - *The Welding of Aluminium And its Alloys, Woodhead Publishing Ltd 2002 ;*
61. **[Mat A - 05]** A Mathieu, *Etude de l'assemblage heterogene acier/aluminium obtenu par faisceau laser : approche thermique et physico-chimique, thèse – 2005 ;*
62. **[Mat A - 06]** Alexandre Mathieu, Sébastien Pontevicci, Jean-claude Viala, Eugen Cicala, Simone Mattei, Dominique Grevey, Laser brazing of a steel/aluminium assembly with hot filler wire (88% Al, 12% Si) Original Research Article, *Materials Science and Engineering: A, Volumes 435–436, 2006, Pages 19-28 ;*
63. **[Mat A – 07]** Alexandre Mathieu, Rajashekar Shabadi, Alexis Deschamps, Michel Suery, Simone Mattei, Dominique Grevey, Eugen Cicala, Dissimilar material joining using laser (aluminum to steel using zinc-based filler wire), *Optics & Laser Technology* 39 (2007) 652–661 ;
64. **[Mal A - 08]** A. Malicrot, *Etude de la formation et des propriétés physiques des zones fondues dans le cas du soudage du tantale avec l'alliage de titane TA6V, thèse 2008 ;*
65. **[Mag – 99]** *ASM Special Handbook, Magnesium and magnesium alloys, ASM International, 1999 ;*
66. **[Min X - 06]** Xin-Ming, You Jiang-Hai, Effect of minor Sc and Zr on microstructure and mechanical properties of Al-Zn-Mg-Cu alloy; *Transaction of Nonferrous Metals of China, Vol. 16, Page 1228-1235, 2006 ;*
67. **[Mah G - 09]** G. Mahendran, V. Balasubramanian, T. Senthilvelan, Developing diffusion bonding windows for joining AZ31B magnesium–AA2024 aluminium alloys, *Materials and Design* 30 (2009) 1240–1244 ;
68. **[Pen Y - 07]** PENG Yong-yi, YIN Zhi-min, NIE Bo, ZONG Li, Effect of minor Sc and Zr on superplasticity of Al-Mg-Mn alloys, *Trans. Nonferrous Met. SOC. China* 17(2007) 744-750 ;

69. [**Pad D - 10**] G. Padmanaban, V. Balasubramanian: Optimization of laser beam welding process parameters to attain maximum tensile strength in AZ31B magnesium alloy; *Optics & Laser Technology*, Volume 42, Issue 8, November 2010, Pages 1253-1260 ;
70. [**Plo V - 08**] V. Ploshikhin, A. Prikhodovsky, A. Ilin, M. Makhutin, C. Heimerdinger, F. Palm, Influence of the Weld Metal Chemical Composition on the Solidification Cracking Susceptibility of AA6056-T4 Alloy. Neue Materialien Bayreuth GmbH, Germany, European Aeronautic Defence and Space Company, EADS Deutschland GmbH, Ottobrunn, Welding research abroad 2008 ;
71. [**Qia M - 01**] Ma Qian, L Zheng, D Graham, MT Frost, DH St John, Settling of undissolved zirconium particules in pure magnesium melts, *Journal of Light Metals* 1, (157-165), 2001 ;
72. [**Ran S - 07**] Randy S. Beals, Cam Tissington, Xinmin Zhang, Karl Kainer, Joe Petrillo, Mark Verbrugge, and Mihriban Pekguleryuz: Magnesium Global Development: Outcomes from the TMS 2007 Annual Meeting; *Magnesium: Fundamental Research - Conference Review* ;
73. [**Ren Y - 12**] Y.P. Ren, G.W. Qin, S. Li, Y. Guo, X.L. Shu, L.B. Dong, H.H. Liu, B. Zhang, Re-determination of $\gamma/(\gamma + \alpha\text{-Mg})$ phase boundary and experimental evidence of R intermetallic compound existing at lower temperatures in the Mg–Al binary system, *Journal of Alloys and Compounds* 540 (2012) 210–214 ;
74. [**Ros R - 11**] Radu Alexandru Rosu, Doru Romulus Pascu, Muncut Elena, Toma Cristian, ISI proceedings of ModTech International Conference (2011) ;
75. [**Sie G - 06**] Guillaume Sierra, Etude métallurgique et mécanique de l'assemblage hétérogène acier / aluminium par les procédés laser et TIG, thèse – 2006 ;
76. [**Sha J - 12**] Jing Shang, Kehong Wang, Qi Zhou, Deku Zhang, Jun Huang, Guangle Li, Microstructure characteristics and mechanical properties of cold metal transfer welding Mg/Al dissimilar metals, *Materials & Design*, Volume 34, February 2012, Pages 559-565;
77. [**Suz A - 07**] A. Suzuki, N.D. Saddock, L. Riester, E. Lara-Curzio, J.W. Jones, T.M. Pollock : Effect of Sr Additions on the Microstructure and Strength of a Mg-Al-Ca Ternary Alloy. The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International 2007 ;
78. [**Sch M - 12**] Michael Schick, Bengt Hallstedt, Albert Glensk, Blazej Grabowski, Tilmann Hickel, Milan Hampl, Joachim Gröbner, Jörg Neugebauer, Rainer Schmid-Fetzer; Combined ab initio, experimental, and CALPHAD approach for an improved thermodynamic evaluation of the Mg–Si system; *CALPHAD: Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry* 37 (2012) 77–86 ;
79. [**Tom. I - 10a**] Iryna TOMASHCHUK, Assemblage hétérogène cuivre-inox et TA6V-inox par faisceaux de haute énergie : compréhension et modélisation des phénomènes physico-chimiques, thèse 2010 ;
80. [**Tom I - 10b**] I. Tomashchuk, P. Sallamand, J.M. Jouvard, D. Grevey, The simulation of morphology of dissimilar copper–steel electron beam welds using level set method, *Computational Materials Science*, Volume 48, Issue 4, June 2010, Pages 827-836;
81. [**Tom I - 12**] I. Tomashchuk, P. Sallamand, J.M. Jouvard, The modeling of dissimilar welding of immiscible materials by using a phase field method, *Applied Mathematics and Computation*, 2012 ;
82. [**Tom C - 12a**] Cristian Toma, Niculai Pașca , Aurel-Valentin Bîrdeanu , Octavian Oancă, Cristian Ciucă Ultrasonic microjoints for nonferrous materials Al-Cu, ModTech International Conference, Modern Technologies, Quality and Innovation, May 2012 ;
83. [**Tom C - 12b**] C. Toma, E. Cicala, P. Sallamand, D. Grevey, CMT joining of aluminium and magnesium alloys in a statistical experiment, International Conference METAL 2012, in press in Thomson Reuters database ;
84. [**Tam A - 97**] U. Anselmi-Tamburini, G. Spinolo, G Flor, ZA Munir, Combustion synthesis of Zr-Al intermetallic compounds, *Journal of Alloys and Compounds*, 247 (1997), 190-194 ;

85. **[Wan J - 08]** J. Wang, J. C. Feng and Y. X. Wang, Microstructure of Al–Mg dissimilar weld made by cold metal transfer MIG welding; Maney Publishing, IOM Communications Ltd; Institute of Materials, Minerals and Mining; Vol 24 No 7, 2008 ;
86. **[WBS - 93]** R Mnunes, BrunoL. Alia, Richard L. Alley et autres, Welding, Brazing and Soldering - volume 6 of the ASM Handbook ;
87. **[Wei Z- 06]** Zheng Weichao, Li Shuangshou, Tang Bin, Guo Xutao - Effect of Rare Earths on Hot Cracking Resistant Property of Mg-Al Alloys - Journal of Rare Earths, Volume 24, Issue 3, June 2006, Pages 346-351 (2006) ;
88. **[Wan T - 01]** Tao Wang, Zhanpeng Jin, Ji-Cheng Zhao; Thermodynamic Assessment of the Al-Zr Binary System; Journal of Phase Equilibria, Vol. 22, No. 5, 2001 ;
89. **[Wat T - 09]** TakehikoWatanabe, Hideo Sakuyama, Atsushi Yanagisawa, Ultrasonic welding between mild steel sheet and Al–Mg alloy sheet, Journal of Materials Processing Technology 209 (2009) 5475–5480 ;
90. **[You K - 08]** Youn-Bae Kanga, Arthur D. Pelton, Patrice Chartrand, Carlton D. Fuerst : Critical evaluation and thermodynamic optimization of the Al–Ce, Al–Y, Al–Sc and Mg–Sc binary systems. Calphad, Vol. 32, Pages 413-422, 2008 ;
91. **[Yan M - 09]** YANG Mingbo, CHENG Liang, SHEN Jia, and PAN Fusheng; Effect of Ca addition on the as-cast microstructure and creep properties of Mg-5Zn-5Sn magnesium alloy. Rare Met-als, Vol. 28, No. 6, 2009, p. 576 ;
92. **[Yan F - 11]** F. Yan, B. J. McKay¹, Z. Fan M.F. Chen, Preliminary study of the characteristics of a high Mg containing Al-Mg-Si alloy, IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 27 (2011) 012050 ;
93. **[Yao C - 09]** Chengwu Yao, Binshi Xu, Xiancheng Zhang, Jian Huang, Jun Fu, Yixiong Wu, Interface microstructure and mechanical properties of laser welding copper–steel dissimilar joint, *Optics and Lasers in Engineering, Volume 47, Issues 7–8, July–August 2009, Pages 807-814* ;
94. **[Zha L - 08]** L.M. Zhao and Z.D. Zhang, Effect of Zn alloy interlayer on interface microstructure and strength of diffusion-bonded Mg–Al joints, Scripta Materialia 58 (2008) 283–286 ;
95. **[Zha X - 10]** X. Zhang, H. Huang, K. Spencer, Y.-N. Shi; Nanomechanics of Mg–Al intermetallic compounds; Surface & Coatings Technology 204 (2010) 2118–2122 ;
96. **[Zha J - 00]** J. Zhang Z. Fan, Y. Q. Wang, B. L. Zhou, Effect of cooling rate on the microstructure of hypereutecticAl-Mg₂Si alloys, Journal of Materials Science Letters 19, 2000, 1825 – 1828 ;
97. **[Zho Y - 05]** Yu Zhong, Mei Yang, Zi-Kui Liu; Contribution of first-principles energetics to Al–Mg thermodynamic modeling; Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry 29 (2005) 303–311 ;
98. **[MatWeb]** Material Property Data ;
99. **[FSH]** FSH Welding Group.

ANNEXES

Annexe 1a :
programme exploratoire complet avec trois facteurs d'influence
sur deux niveaux pour les dépôts par CMT

| N° crt | N° essai | Fil | Substrat | CMT | Vs (m/min) | Vf (m/min) |
|--------|----------|--------|----------|-----------|---------------|---------------|
| 1 | 1 | Al5356 | RZ5 | CMT 875 | 500 | 2300 |
| 2 | 3 | | | | 1700 | 5700 |
| 3 | 4 | | | | 2000 | 6100 |
| 4 | 5 | | | | 2300 | 6100 |
| 5 | 7 | | | | 800 | 3000 |
| 6 | 9 | | RZ5 | CMT P 879 | 500 | 2300 |
| 7 | 11 | | | | 1700 | 5700 |
| 8 | 12 | | | | 2000 | 6100 |
| 9 | 13 | | | | 2300 | 6100 |
| 10 | 14 | | 800 | 3000 | | |
| 11 | 15 | | AZ31 | CMT P 879 | 500 | 2300 |
| 12 | 17 | | | | 1700 | 5700 |
| 13 | 18 | | | | 2000 | 6100 |
| 14 | 19 | | | | 2300 | 6100 |
| 15 | 20 | | | | 800 | 3000 |
| 16 | 21 | | AZ31 | CMT 875 | 500 | 2300 |
| 17 | 22 | | | | 800 | 3000 |
| 18 | 23 | | | | 1700 | 5700 |
| 19 | 24 | | | | 2000 | 6100 |
| 20 | 25 | | | | 2300 | 6100 |
| 21 | 28 | Al4043 | AZ31 | CMT 875 | 500 | 2300 |
| 22 | 29 | | | | 800 | 3000 |
| 23 | 30 | | | | 1700 | 5700 |
| 24 | 31 | | | | 2000 | 6100 |
| 25 | 32 | | | | 2300 | 6100 |
| 26 | 33 | | RZ5 | CMT 875 | 500 | 2300 |
| 27 | 34 | | | | 800 | 3000 |
| 28 | 36 | | | | 1700 | 5700 |
| 29 | 37 | | | | 2000 | 6100 |
| 30 | 38 | | | | 2300 | 6100 |
| 31 | 41 | | RZ5 | CMT P 879 | 500 | 2300 |
| 32 | 42 | | | | 800 | 3000 |
| 33 | 43 | | | | 1700 | 5700 |
| 34 | 44 | | | | 2000 | 6100 |
| 35 | 45 | | | | 2300 | 6100 |
| 36 | 46 | | AZ31 | CMT P 879 | 500 | 2300 |
| 37 | 47 | | | | 800 | 3000 |
| 38 | 48 | | | | 2300 | 6100 |
| 39 | 49 | | | | 2000 | 6100 |
| 40 | 51 | | | | 1700 | 5700 |

Annexe 1b :
Conditions opératoires des essais préliminaires des dépôts par CMT

| N° essai | Fil | Substrat | Vs (m/min) | Vf (m/min) |
|----------|--------|----------|---------------|---------------|
| 1 | Al5356 | AZ31 | 200 | 1900 |
| 2 | | | 300 | 1900 |
| 3 | | | 400 | 1900 |
| 4 | | | 500 | 1900 |
| 5 | | | 500 | 1700 |
| 6 | | | 500 | 2300 |
| 7 | | | 500 | 4200 |
| 8 | | | 600 | 1900 |
| 9 | | | 650 | 1900 |
| 10 | | | 1500 | 6100 |
| 11 | | | 2000 | 6100 |
| 12 | | RZ5 | 400 | 1900 |
| 13 | | | 400 | 2300 |
| 14 | | | 400 | 3800 |
| 15 | | | 500 | 1900 |
| 16 | | | 500 | 2300 |
| 17 | | | 500 | 3800 |
| 18 | | | 600 | 1900 |
| 19 | | | 600 | 2300 |
| 20 | | | 650 | 3800 |

Annexe 2a :
Programme exploratoire complet avec trois facteurs d'influence sur
deux niveaux pour les dépôts par laser

| N°Crt. | N°essai | Fil | Substrat | P (KW) | Vs (m/min) | Vf (m/min) | Préchauffage de fil | | |
|--------|---------|--------|----------|--------|------------|------------|---------------------|-----|-------------|
| 1 | 63 | Al4043 | RZ5 | 2 | 2 | 2 | FF | | |
| 2 | 68 | | | 2 | 2,5 | 1,5 | | | |
| 3 | 79 | | | 2 | 1,5 | 1,5 | | | |
| 4 | 80 | | | 2 | 1,5 | 2,5 | | | |
| 5 | 88 | | | 2 | 2,5 | 2,5 | | | |
| 6 | 69 | | | 2,5 | 2,5 | 1,5 | | | |
| 7 | 24 | | | 2,5 | 1,5 | 1,5 | | | |
| 8 | 76 | | | 2,5 | 2,5 | 2,5 | | | |
| 9 | 39 | | | 2,5 | 1,5 | 2,5 | | | |
| 10 | 62 | | | 2 | 2 | 2 | FC 150 A | | |
| 11 | 67 | | | 2 | 2,5 | 1,5 | | | |
| 12 | 78 | | | 2 | 1,5 | 1,5 | | | |
| 13 | 81 | | | 2 | 1,5 | 2,5 | | | |
| 14 | 89 | | | 2 | 2,5 | 2,5 | | | |
| 15 | 38 | | | 2,5 | 1,5 | 2,5 | | | |
| 16 | 70 | | | 2,5 | 2,5 | 1,5 | | | |
| 17 | 61 | | | 2,5 | 1,5 | 1,5 | | | |
| 18 | 77 | | | 2,5 | 2,5 | 2,5 | | | |
| 19 | 64 | | AZ31 | RZ5 | 2 | 2 | 2 | FF | |
| 20 | 65 | | | | 2 | 2,5 | 1,5 | | |
| 21 | 75 | | | | 2,5 | 2,5 | 2,5 | | |
| 22 | 83 | | | | 2 | 1,5 | 2,5 | | |
| 23 | 84 | | | | 2 | 1,5 | 1,5 | | |
| 24 | 87 | | | | 2 | 2,5 | 2,5 | | |
| 25 | 92 | | | | 2,5 | 2,5 | 1,5 | | |
| 26 | 60 | | | AZ31 | AZ31 | 2 | 2 | 2 | FC 150 A |
| 27 | 66 | | | | | 2 | 2,5 | 1,5 | |
| 28 | 82 | | | | | 2 | 1,5 | 2,5 | |
| 29 | 85 | | | | | 2 | 1,5 | 1,5 | |
| 30 | 86 | | | | | 2 | 2,5 | 2,5 | |
| 31 | 73 | | | | | 2,5 | 2,5 | 2,5 | |
| 32 | 93 | | | | | 2,5 | 2,5 | 1,5 | |

| N°Crt. | N°essai | fil | substrat | P (KW) | Vs (m/min) | Vf (m/min) | Préchauffage de fil |
|--------|---------|--------|----------|-------------|------------|------------|---------------------|
| 33 | 95 | Al5356 | RZ5 | 2 | 2,5 | 2,5 | FF |
| 34 | 97 | | | 2 | 2,5 | 1,5 | |
| 35 | 98 | | | 2 | 1,5 | 2,5 | |
| 36 | 99 | | | 2 | 1,5 | 1,5 | |
| 37 | 100 | | | 2 | 2 | 2 | |
| 38 | 101 | | | 2,5 | 2,5 | 2,5 | |
| 39 | 102 | | | 2,5 | 2,5 | 1,5 | |
| 40 | 103 | | | 2,5 | 2,5 | 1,5 | FC 150 A |
| 41 | 104 | | | 2,5 | 2,5 | 2,5 | |
| 42 | 106 | | | 2 | 2 | 2 | |
| 43 | 107 | | 2 | 1,5 | 1,5 | | |
| 44 | 109 | | 2 | 1,5 | 2,5 | | |
| 45 | 110 | | 2 | 2,5 | 1,5 | | |
| 46 | 111 | | 2 | 2,5 | 2,5 | | |
| 47 | 112 | | AZ31 | FC 150 A | 2 | 2,5 | 2,5 |
| 48 | 113 | | | | 2 | 2,5 | 1,5 |
| 49 | 114 | | | | 2 | 1,5 | 2,5 |
| 50 | 115 | | | | 2 | 1,5 | 1,5 |
| 51 | 116 | | | | 2 | 2 | 2 |
| 52 | 117 | | | | 2,5 | 2,5 | 2,5 |
| 53 | 118 | 2,5 | | | 2,5 | 1,5 | |
| 54 | 119 | 2,5 | | 2,5 | 1,5 | FF | |
| 55 | 120 | 2,5 | | 2,5 | 2,5 | | |
| 56 | 121 | 2 | | 2 | 2 | | |
| 57 | 122 | 2 | | 1,5 | 1,5 | | |
| 57 | 123 | 2 | | 1,5 | 2,5 | | |
| 59 | 124 | 2 | | 2,5 | 1,5 | | |
| 60 | 125 | 2 | | 2,5 | 2,5 | | |

ANNEXE 2b: Conditions opératoires des essais préliminaires des dépôts par laser

| N° Crt | Substrat | Fil | P (kW) | Vs (m/min) | Vf (m/min) | Focal (mm) | α (°) | I (A) | Obs. |
|--------|----------|--------|--------|------------|------------|------------|--------------|-------|---------------------------------|
| 1 | RZ5 | Al4047 | 2,5 | 2 | 1 | 0 | 30 | | dépôt non stable et oxydation |
| 2 | | | 2,5 | 2 | 3 | 0 | 30 | | dépôt non stable |
| 3 | | | 3 | 2 | 1 | 0 | 30 | | |
| 4 | | | 2,5 | 1 | 1,5 | -10 | 30 | | dépôt non stable |
| 5 | | | 1 | 2 | 1,5 | -10 | 30 | 70 | |
| 6 | | | 2 | 2 | 2,5 | -10 | 30 | | |
| 7 | | | 1,5 | 2 | 2 | -10 | 30 | | |
| 8 | | | 2,5 | 2 | 2 | -15 | 30 | | |
| 9 | | | 2,5 | 1,5 | 1,5 | -15 | 30 | | dépôt détache |
| 10 | | | 2 | 2,5 | 2,5 | -15 | 30 | 80 | dépôt stable |
| 11 | | | 2 | 2,5 | 2,5 | -15 | 30 | 150 | dépôt stable |
| 12 | | | 2 | 2,5 | 2,5 | -15 | 30 | 200 | |
| 13 | | | 2,5 | 2 | 1,5 | -10 | 45 | | |
| 14 | | | 2 | 2 | 2 | -10 | 45 | | dépôt |
| 15 | | | 2 | 2 | 3 | -10 | 45 | | |
| 16 | | | 2,5 | 2 | 1,5 | -10 | 90 | | |
| 17 | | | 2 | 2 | 1 | -10 | 90 | | |
| 18 | | | 2 | 2 | 3 | -10 | 90 | | |
| 19 | RZ5 | Al5336 | 1,5 | 2,5 | 1 | -10 | 30 | | |
| 20 | | | 2 | 2,5 | 2,5 | -15 | 30 | 80 | dépôt stable |
| 21 | | | 2 | 2,5 | 2,5 | -15 | 30 | 150 | dépôt stable |
| 22 | | | 2 | 2,5 | 2,5 | -15 | 30 | 200 | |
| 23 | | | 2 | 2 | 1 | -10 | 45 | | |
| 24 | | | 3 | 2 | 3 | -10 | 45 | | |
| 25 | RZ5 | ZINAL4 | 2,5 | 2 | 2 | 0 | 30 | | |
| 26 | | | 1,5 | 2 | 2 | 0 | 30 | | dépôt non stable stable détaché |
| 27 | | | 1 | 2 | 2 | 0 | 30 | | dépôt non stable détaché |
| 28 | | | 0,8 | 2 | 2 | 0 | 30 | | pas assez de puissance |
| 29 | | | 1,5 | 2 | 2 | 10 | 30 | | dépôt stable détaché |
| 30 | | | 1 | 2 | 2 | 10 | 30 | | dépôt stable détaché |

| N° Crt | Substrat | Fil | P (kW) | Vs (m/min) | Vf (m/min) | Focal (mm) | α (°) | I (A) | Obs. |
|--------|----------|--------|--------|------------|------------|------------|--------------|-------|-------------------------|
| 31 | AZ31 | Al4047 | 2,5 | 2 | 1 | 0 | 30 | | |
| 32 | | | 0,8 | 2 | 2 | 0 | 30 | | |
| 33 | | | 2,5 | 1 | 1,5 | -10 | 30 | | non stable |
| 34 | | | 2 | 2,5 | 2,5 | -15 | 30 | 80 | stable |
| 35 | | | 2 | 2,5 | 2,5 | -15 | 30 | 150 | stable |
| 36 | | | 2 | 2,5 | 2,5 | -15 | 30 | 200 | |
| 37 | AZ31 | Al5336 | 2,5 | 2 | 1,5 | 0 | 30 | | |
| 38 | | | 2 | 2 | 1 | 0 | 30 | | dépôt non stable |
| 39 | | | 2,5 | 1 | 1,5 | -10 | 30 | | |
| 40 | | | 2 | 2,5 | 2,5 | -15 | 30 | 80 | casse |
| 41 | | | 2 | 2,5 | 2,5 | -15 | 30 | 150 | casse |
| 42 | | | 2 | 2,5 | 2,5 | -15 | 30 | 200 | |
| 43 | AZ31 | ZINAL4 | 0,8 | 2 | 2 | 10 | 30 | | dépôts cassé |
| 44 | | | 1,5 | 2 | 2 | 10 | 30 | | |
| 45 | | | 0,8 | 2 | 2 | 0 | 30 | | dépôts cassé non stable |
| 46 | | | 1 | 2 | 2 | 0 | 30 | | |
| 47 | | | 1,5 | 2 | 2 | 0 | 30 | | |
| 48 | AM60 | Al4047 | 2,5 | 1 | 1,5 | 10 | 30 | | |
| 49 | | | 2,5 | 2 | 1,5 | 10 | 30 | | stable cassé |
| 50 | | | 0,8 | 2 | 2 | 10 | 30 | | |
| 51 | | | 2 | 2 | 2 | 10 | 30 | | stable |
| 52 | AM60 | ZINAL4 | 0,8 | 2 | 2 | 10 | 30 | | cassé |
| 53 | | | 1,5 | 2 | 2 | 10 | 30 | | détaché |
| 54 | | | 0,8 | 2 | 2 | 0 | 30 | | non stable |
| 55 | | | 1,5 | 2 | 2 | 0 | 30 | | |
| 56 | AM60 | Al5356 | 2,5 | 1 | 1,5 | 10 | 30 | | |
| 57 | | | 2,5 | 2 | 1,5 | 10 | 30 | | |
| 58 | | | 0,8 | 2 | 2 | 10 | 30 | | |
| 59 | | | 2 | 2 | 2 | 10 | 30 | | stable |