

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

4/96

وزارة التربية الوطنية  
MINISTERE DE L'EDUCATION NATIONALE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : *Métallurgie*

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

# PROJET DE FIN D'ETUDES

## SUJET

CONCEPTION ET REALISATION

D'UN DISPOSITIF DE SOUDAGE PAR DIFFUSION

Proposé par :

F. HELLAL

Etudié par :

A. SEKKAL

Dirigé par :

F. HELLAL

PROMOTION

JUIN 1996

E. N. P 10, Avenue Hassen Badi - EL-HARRACH - ALGER

# SOMMAIRE



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

## **Première partie : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

### **Chapitre I - LE SOUDAGE PAR DIFFUSION**

I.1 - Soudage par diffusion .....	2
I.2 - Etapes du soudage par diffusion .....	3

### **Chapitre II - INFLUENCE DES PARAMETRES DE SOUDAGE**

II.1 - Influence des paramètres opératoires de soudage .....	8
II.1.1 Pression de soudage .....	9
II.1.2 Température de soudage .....	11
II.1.3 Temps de soudage .....	12
II.1.4 Atmosphère de soudage .....	13
II.2 - Influence des paramètres de surface .....	14
II.2.1 Préparation de surface .....	14
II.2.2 Influence de la microgéométrie de surface .....	15
II.2.3 Influence des porosités .....	18

### **Chapitre III - CRITERES DE VERIFICATION DES ASSEMBLAGES ET LIMITATIONS DU PROCEDE DE SOUDAGE PAR DIFFUSION**

III.1 - Prévision des caractéristiques de traction des assemblages soudés par diffusion dans les conditions optimales .....	19
III.2 - Contrôle non destructif des joints soudés par diffusion .....	22
III.3 - Contrôle destructif des joints soudés par diffusion .....	23
III.4 - Avantages et inconvénients du soudage par diffusion .....	24

**Deuxième partie : ETUDE EXPERIMENTALE**

**Chapitre IV - CONCEPTION ET REALISATION DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL**

IV.1 - Eléments du dispositif expérimental .....	26
IV.1.1 Vérin pneumatique .....	27
IV.1.2 Compresseur à air .....	29
IV.1.3 Refroidisseur à eau .....	30
IV.1.4 Four .....	31
IV.1.5 Dispositif du porte échantillons .....	33
IV.1.6 Levier du porte échantillon .....	39
IV.1.7 Critères de choix et caractéristiques des pièces utilisées dans le dispositif de porte échantillon.....	42
IV.2 - Calcul de dilatation thermique des pièces .....	43
IV.3 - Montage expérimental .....	45

**Chapitre V - METHODOLOGIE EXPERIMENTALE**

V.1 - Echantillons et préparation de surface .....	52
V.2 - Cycle de soudage .....	54
V.3 - Mode d'emploi .....	55
V.4 - Relations entre les pression du vérin et le compresseur .....	56
V.5. - Précautions d'emploi .....	59

CONCLUSION GENERALE .....	60
---------------------------	----

<b>Troisième partie : REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....</b>	<b>61</b>
---	-----------

# DEDICACES

*Je dédie ce modeste travail :*

- *A la mémoire de mon grand-père Sekkal Ahmed.*
- *A la mémoire de mon arrière grand-mère Zerrouk Khadoudja*
- *A mon grand père Trabelsi Abdelrahmane.*
- *A mes grands-mères.*
- *A mes chers et tendres parents pour leurs sacrifices à mon égard,  
que Dieu les protège.*
- *A mes chers sœurs.*
- *A ma nièce Doria*
- *A mes oncles et leurs femmes.*
- *A mes tantes et leurs maris.*
- *A mes cousins et cousines.*
- *A mes beaux frères.*
- *A tout mes amis qui m'ont encouragé en particulier Tchamakdji  
mounir.*

*Sekkal Abdou Phihed*

# REMERCIEMENTS

Je remercie Dieu le Tout puissant de m'avoir donné patience, santé et volonté tout au long de mes études.

Je tiens à remercier tout particulièrement Monsieur F. HELLAL pour ses conseils qui m'ont été précieux ainsi que toutes les suggestions et remarques qu'il a formulées tout au long de ce travail.

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

- Le chef du département Monsieur Y. KHELFAOUI
- Monsieur M. KERKAR
- Monsieur A. KASSER

pour les nombreuses remarques et conseils.

Je remercie le Commandant BOUKHARI de la B.C.L pour la fourniture de matériaux afin de mener à bien cette étude.

J'exprime ma reconnaissance à tous les enseignants qui ont contribué de près ou de loin à ma formation.

Je remercie également Mademoiselle K. ALLA ainsi que Messieurs D. TRABELSI et M. TCHAMAKDJI pour leur aide tout au long de ce travail.

## RESUMES

### TITRE : CONCEPTION ET REALISATION D'UN DISPOSITIF DE SOUDAGE PAR DIFFUSION

**RESUME :** Ce travail a pour objet le soudage par diffusion. Il est divisé en deux parties : la première partie est une synthèse bibliographique des différents aspects de ce procédé d'assemblage en phase solide et la deuxième partie est une étude expérimentale de conception et de réalisation d'un dispositif de soudage par diffusion.

### TITLE : CONCEPTION AND REALIZATION OF AN APPARATUS FOR DIFFUSION BONDING

**ABSTRACT :** This work deals with diffusion bonding. It involves two parts. The first one is a bibliographic synthesis of different aspects of this solid phase assembly process and the second one is an experimental study of a conception and realization of a device for diffusion bonding.

الموضوع : إعداد وتهيئة جهاز لحام بالانتشار

ملخص: يهدف هذا العمل إلى دراسة اللحام بالانتشار , و ينقسم إلى جزئين: الجزء الأول

عبارة عن بحث مكتبي لمختلف هيئات طريقة التركيب و ذلك في الحالة الصلبة. أما الجزء الثاني فهو

عبارة عن دراسة تطبيقية لإعداد و تهيئة جهاز تلحيم بالانتشار.

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
المكتبة — BIBLIOTHEQUE  
Ecole Nationale Polytechnique

*Première partie*

**ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

Chapitre I

LE SOUDAGE PAR DIFFUSION

## INTRODUCTION

Le soudage par diffusion est un procédé d'assemblage qui peut paraître relativement simple dans son principe général, mais qui se révèle être, dans la pratique, beaucoup plus délicat à mettre en oeuvre, du fait des contraintes opératoires qu'elles impliquent.

En conséquence la maîtrise de cette technique passe par une compréhension et une connaissance des divers mécanismes mis en jeu au cours de l'opération de liaison.

C'est surtout dans les domaines spatial, nucléaire et aéronautique que se sont développées les recherches et les applications du soudage par diffusion.

Dans cette perspective, nous avons entrepris de concevoir et de réaliser un dispositif de soudage par diffusion sous pression, pour permettre d'assembler des matériaux de même nature ou de nature différente.

## Chapitre I

# LE SOUDAGE PAR DIFFUSION

### I.1 - SOUDAGE PAR DIFFUSION

Le soudage par diffusion est défini comme suit : « Le soudage par diffusion est un procédé d'assemblage en phase solide dans lequel la liaison des surfaces est obtenue, sans déformation macroscopique, par un processus de diffusion contrôlée induit par un chauffage et par l'application d'une pression pendant un temps donné » [1,2,3,4,5]. Ce procédé peut dans certains cas engendrer la disparition complète de l'interface de sorte que le joint ainsi formé présente des caractéristiques mécaniques identiques à celles du métal de base. Le soudage par diffusion permet d'assembler deux matériaux de même nature ou de natures différentes, une fine couche d'un métal intermédiaire de nature différente pouvant parfois également être interposée entre les deux matériaux afin d'en faciliter la liaison.

Cette définition, telle qu'elle est formulée, sous-entend l'absence de phase liquide, de quelque nature que ce soit, pendant toutes les phases de soudage. Toutefois certains procédés, qui peuvent également être assimilés à du soudage par diffusion, utilisent l'existence d'une petite quantité de phase liquide temporaire. Celle-ci est apportée soit par le métal de base lui-même, soit par un métal intermédiaire qui forme avec le métal de base un eutectique à bas point de fusion [6,7]. Ces procédés sont alors appelés respectivement « soudage par diffusion avec phase liquide » et « soudage eutectique ».

Une des caractéristiques importantes du soudage par diffusion est que les déformations sont microscopiques car elles restent localisées au voisinage de l'interface.

Dans le cas de matériaux peu sensibles à l'oxydation, le processus de réalisation d'un joint soudé par diffusion dépend de la préparation des surfaces en contact et des trois paramètres opératoires : température, pression, temps de soudage. Par contre, dans celui de matériaux tels que l'aluminium et ses alliages qui présentent en surface un film d'oxyde stable et tenace, d'autres facteurs, comme la nature de l'atmosphère de soudage et/ou les

conditions de stockage des échantillons avant soudage, peuvent également avoir une influence non négligeable sur la qualité du joint soudé.

## **I.2 - ETAPES DU SOUDAGE PAR DIFFUSION**

Au cours du soudage par diffusion, la liaison des surfaces n'est pas dans le principe réalisée par déformation mais par un mécanisme lié à la diffusion atomique. Cependant, ce mécanisme diffusionnel à travers l'interface ne peut à lui seul engendrer la jonction soudée. En effet, il ne peut opérer que si le contact des surfaces à l'échelle atomique est déjà réalisé, ce qui implique notamment que les oxydes et les contaminants résiduels soient éliminés [8]. De plus, compte tenu des températures mises en jeu, les coefficients de diffusion de la plupart des métaux sont trop faibles et le transfert de matière trop insuffisant pour obtenir des joints de bonne qualité [1]. D'autres mécanismes tels que la déformation des surfaces et la recristallisation doivent donc participer au développement de la liaison.

Le modèle généralement admis [3,5,8,9,10] pour décrire le processus de soudage par diffusion comporte trois grandes phases successives, chacune d'entre elles étant régie par un mécanisme moteur différent fig(1).

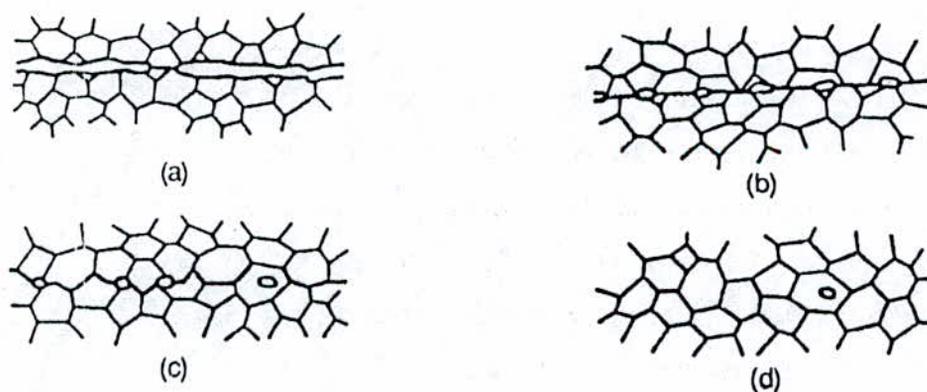


Fig.1 - Représentation schématique des différentes phases du processus de soudage par diffusion (d'après SCHWARTZ [9]).

\* Première phase : développement du contact physique

Malgré toute l'attention que l'on peut porter à la préparation des surfaces, celles-ci restent « rugueuses » à l'échelle microscopique [11,12]. Au niveau de l'interface, le contact est initialement limité aux aspérités de surface et par conséquent l'aire réelle de contact est très faible vis-à-vis de l'aire de surface géométrique apparente. Même aux points de contact, les atomes des surfaces peuvent être séparés par des couches d'oxyde et/ou de contaminants, d'épaisseurs très supérieures à la distance interatomique [13], qui devront être dispersées pour que la diffusion puisse avoir lieu à travers l'interface. Pour une surface finement polie qui présente des pics de 500 Å de hauteur, en l'absence de toute pression extérieure, la fraction d'aire de contact réel a été estimée à environ  $10^{-6}$  [14]. Pour leur part, KING et OWCZARSKI [8,10] ont évalué cette fraction à moins de 1% l'aire de contact quand les surfaces sont maintenues en contact, à température ambiante, avec une pression classique de soudage fig(1-a).

Compte tenu de cette faible aire de contact initial, la pression de soudage engendre au niveau des points de contacts, des contraintes élevées qui tendent à devenir supérieures à la limite élastique du matériau. Ceci n'étant pas possible, le matériau se déforme plastiquement de façon à accroître l'aire de contact réel. Une élévation de la température favorise l'établissement d'un contact intime des surfaces du fait de la diminution du seuil d'écoulement du matériau. Les déformations plastiques, et ainsi l'ajustement des surfaces, se font graduellement pendant la montée en température. Quand la température de soudage est atteinte, les déformations plastiques cessent, mais la déformation des surfaces continue par un mécanisme différé de fluage. Tous les phénomènes de déformation plastique et de fluage sont très localisés et par conséquent les déformations de soudage, rapportées à l'ensemble de l'échantillon, sont très faibles. A la fin de cette première phase l'interface apparaît comme une alternance de pores aux zones de contact fig(1-b).

A titre d'illustration, la figure 2 représente l'évolution de la fraction d'aire de contact réel au cours du soudage par diffusion du titane pur du commerce.

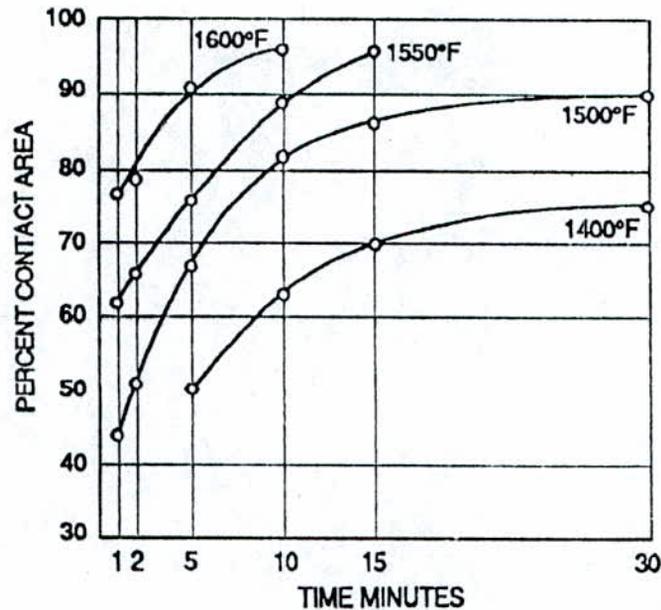


Fig.2 - Evolution du pourcentage d'aire de contact réel en fonction du temps de soudage, lors du soudage par diffusion du titane avec une pression peu différente de 7 MPa (d'après KING et OWCZARSKI [8]).

\* *Deuxième phase* : redistribution des porosités

Dans cette deuxième phase, le mécanisme de déformation devient insignifiant et celui de diffusion est prépondérant. Les vides présents à l'interface se combleront et la plupart d'entre eux disparaissent par diffusion des atomes le long des joints de grains. Simultanément à cette fermeture des vides, les joints de grains interfaciaux migrent hors du plan de joint initial fig(1-c). La morphologie des grains dans la zone interfaciale tend alors à ne plus se distinguer de celle des autres grains du métal de base.

Par analogie avec les travaux de KUCZYNSKI [15], KING et OWCZARSKI [8,10] ont considéré que ce mécanisme de fermeture des pores était similaire à celui mis en jeu pendant l'opération de frittage des poudres fig(3). Deux modes de diffusion sont à priori possibles : diffusion suivant les joints de grains (I) et diffusion en volume (II). La diffusivité aux joints de grains est très supérieure à la diffusivité en volume et par conséquent les joints de grains, en particulier ceux engendrés par l'interface initiale, constituent des chemins de diffusion préférentiels au cours de cette deuxième phase.

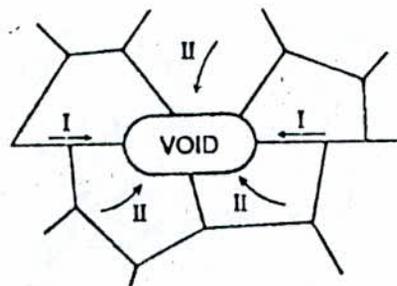


Fig.3 - Chemins possibles de diffusion pour le mouvement des atomes vers un vide  
(d'après KING et OWCZARSKI [10]).

I - diffusion le long des joints de grains

II - diffusion en volume

\* Troisième phase : élimination des pores résiduels.

Quand les joints de grains interfaciaux se déplacent, des vides restent emprisonnés à l'intérieur de certains grains. Ces vides résiduels n'étant plus en contact avec un joint de grain fig(1-d), ils ne peuvent alors être éliminés que par diffusion en volume.

En résumé, deux grands mécanismes sont à considérer lors du soudage par diffusion. Le premier est lié principalement aux déformations microscopiques à l'interface (phase 1) et le second à la diffusion (phases 2 et 3).

Dans le soudage par diffusion, la microgéométrie et la propreté des surfaces sont des paramètres très importants. La première phase, bien que ne dépendant pas directement de la diffusion, est primordiale pour la suite du processus car elle détermine la surface effective de contact entre les deux parties à souder [16].

KING et OWCZARSKI [8] ont estimé que la surface réelle de contact devait, à l'issue de cette première phase, atteindre des valeurs supérieures à 90% de la surface apparente pour que la jonction puisse être réalisée avec succès. Dans le cas contraire, le nombre et la taille des vides résiduels sont trop importants pour qu'ils puissent par la suite être éliminés suivant un mécanisme de diffusion dans des limites de temps et de

températures acceptables [17]. Il semble dès à présent évident que ce niveau résiduel de vides dépendra en partie de la rugosité initiale des surfaces.

Pour que le mécanisme diffusionnel puisse avoir lieu de part et d'autre de l'interface au cours des phases 2 et 3, il faut non seulement qu'il y ait un bon contact géométrique des surfaces à l'issue de la phase 1 mais également que les films de surface (oxydes, contaminants), qui agissent comme barrière de diffusion, soient éliminés. Cette élimination pourra avoir lieu en deux étapes: rupture du film de surface pendant la première phase puis dissolution de ces particules dans le métal de base adjacent pendant les phases deux et trois.

Chapitre II

INFLUENCE DES PARAMETRES DE SOUDAGE

*Chapitre II*

## INFLUENCE DES PARAMETRES DE SOUDAGE

Un grand nombre de métaux et alliages peuvent être soudés par diffusion. Il est même possible d'assembler par ce procédé des matériaux dispersoïdes, ou encore des matériaux composites à matrice métallique [18]. La qualité de la liaison dépend de l'action conjointe de tous les paramètres opératoires de soudage (pression, température, temps et atmosphère de soudage) ainsi que la nature du matériau et de celle des surfaces en contact. A titre d'illustration, le tableau 1 présente, pour un certain nombre de matériaux, les conditions opératoires requises pour obtenir des joints résistants. Pour faciliter la présentation de l'influence des différents paramètres opératoires sur le processus de liaison et sur la qualité du joint soudé, nous considérerons séparément les effets de chacun d'entre eux.

**Tableau 1 - Paramètres opératoires de soudage autogène sans métal intermédiaire**

Matériaux	Température (°C)	Pression (MPa)	Temps (min)	Référence
Al 2017	580	0.5 - 1	30	8
Al 6061	540	7	60	9
	385	26	plusieurs h.	9
Al 1100	425	21	30	23
Al 1170	480	1.5	60	23
AU4G	500	5	60	4
Cu	800 - 850	5 - 7	15 - 20	28
Ti-6Al-4V	980	0.4	180	9
	815 - 1040	35 - 70	30 - 360	19
XC 18	980 - 1205	7	1 - 15	9
	1090 - 1205	0.03	60	9
Be	815 - 900	69	240	9,28
Ta	1290	69	150	9
Mo	1260 - 1425	69	180	9
	1100	34	15	9

## **II.1 - INFLUENCE DES PARAMETRES OPERATOIRES DE SOUDAGE**

### **II.1.1 Pression de soudage**

Tout en restant inférieure à la limite d'élasticité du métal de base afin de ne pas engendrer des déformations macroscopiques importantes, la pression de soudage doit être suffisante pour assurer le contact intime des surfaces par déformation plastique et fluage des aspérités de surface [4,5,7,8,19]. Cet écoulement plastique du métal au niveau de l'interface permet, d'une part, de rompre le film d'oxyde superficiel et, d'autre part, de combler une grande partie des vides engendrés par les aspérités de surface. Une augmentation de la pression accroît la vitesse d'établissement du contact des surfaces [19].

Compte tenu des mécanismes mis en jeu au cours de l'opération de soudage par diffusion, on peut penser que la pression est nécessaire uniquement pendant la phase initiale de ce processus, et que sa suppression à l'issue de la phase 1 ne devrait pas affecter significativement la qualité de la liaison. Cette possibilité d'enlever la pression après la phase d'établissement du contact physique des surfaces peut permettre de limiter les déformations de soudage. Il convient cependant d'être prudent : le fait d'enlever prématurément la pression peut être néfaste dans la mesure où les vides qui n'ont pas été éliminés par le mécanisme rapide de déformation au cours de la phase 1, le seront plus difficilement par les processus beaucoup plus lents de diffusion des phases ultérieures. Ceci a été confirmé par KING, OWZARSKI et PAULONIS [3,10] qui ont constaté que la vitesse d'élimination des vides devenait un peu plus faible en l'absence de la pression. Par exemple, lors du soudage de l'alliage Ti-6Al-4V à 870°C, ils ont observé que le pourcentage d'accroissement de la surface de contact après 1 heure de soudage était de l'ordre de 15% si une pression voisine de 7 MPa était appliquée pendant tout ce temps, alors qu'elle n'était que de 5% si cette pression était supprimée après 10 minutes. Cette différence peut avoir pour origine, d'une part, la poursuite du fluage lors des phases 2 et 3 tant que la pression est maintenue et d'autre part, l'élimination des lacunes aux joints de grains par un mécanisme de Nabarro-Herring [20].

En plus de son rôle premier, qui est d'établir un contact intime des surfaces, la pression peut également avoir d'autres effets favorables sur la réalisation de la jonction, tels

que la création d'un plus grand nombre de lacunes pour la migration par diffusion des atomes [2], ainsi que la germination-croissance des grains au voisinage de l'interface [21]. Une augmentation de la pression réduit la taille et le nombre des vides qui bloquent le mouvement de l'interface.

La pression de soudage est généralement uniaxiale, ce qui, dans la pratique, limite la géométrie des joints [13]. Toutefois, il existe d'autres procédés de mise en oeuvre de la pression qui permettent d'élargir le champ d'application du soudage par diffusion. On peut notamment citer l'utilisation d'une pression isostatique ou d'une pression générée par des différences de dilatations thermiques fig(4).

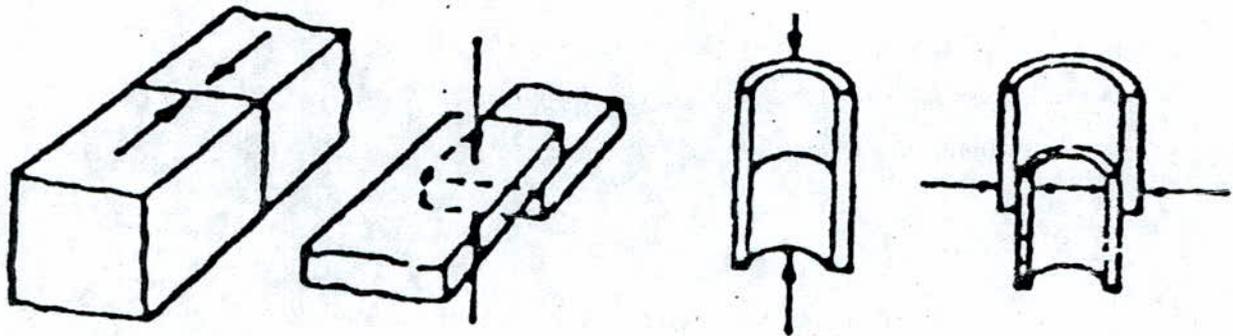


Fig.4 - Différentes géométries de joints possibles selon le mode d'application de la pression de soudage (d'après BARTLE [22]).

### **II.1.2 Température de soudage**

La température est probablement le paramètre opératoire le plus important [1,3,23,24] car les mécanismes de déformation plastique, de fluage et de diffusion mis en jeu dans le processus de soudage par diffusion sont des mécanismes activés thermiquement. Cependant, d'un point de vue pratique, pour que le soudage ait lieu en phase solide, il faut que la température  $T$  de soudage soit inférieure à la température  $T_f$  de fusion du métal de base [8,4]. Certaines considérations métallurgiques, telles que la formation d'une phase fragile, peuvent également conduire à limiter la température de soudage [4]. Généralement, la température optimale de soudage est comprise entre 0.5 et 0.8 fois la température de fusion du métal de base [5,19,25]. Dans le cas du soudage de deux matériaux dissemblables, la température de fusion à considérer pour appliquer cette règle est celle du métal ayant le plus bas point de fusion.

Pendant la première phase du soudage par diffusion, une température suffisamment élevée favorise le développement du contact physique des surfaces. En effet, le seuil d'écoulement et donc la dureté du métal de base diminuent quand la température augmente, ce qui facilite, à pression de soudage égale, la déformation plastique et le fluage des aspérités de surface [3,23,24]. Cet accroissement de la surface de contact par élévation de température réduit la taille et le nombre des vides résiduels qui devront être éliminés dans les phases ultérieures du soudage. Ainsi, une augmentation de température peut, dans une certaine mesure, compenser les effets néfastes d'une trop grande rugosité ou d'une surface insuffisamment nettoyée [13,26]. Dans ce dernier cas, l'effet bénéfique de la température se traduit par une désorption des contaminants.

Pendant les deuxième et troisième phases du processus du soudage par diffusion, une température élevée permet d'accroître le mouvement des atomes et par là d'augmenter la vitesse de diffusion atomique et donc la vitesse d'élimination des vides [6,7,23,24].

L'effet quantitatif de la température sur la diffusion est exprimée par la relation d'Arrhénius:

$$D = D_0 \exp(- Q/R.T) \quad (1)$$

- avec D : coefficient de diffusion  
 $D_0$  : facteur de fréquence  
 Q : énergie d'activation (eV/at.g)  
 R : constante des gaz parfaits  
 T : température absolue (°K)

Les paramètres  $D_0$  et Q sont indépendants de la température mais ils peuvent varier avec la composition du métal de base.

D'une façon générale, une température de soudage suffisamment élevée favorise la déformation des aspérités de surface, la diffusion, la recristallisation, la croissance des grains et la migration de l'interface [24,27]. Pendant les transformations de phase, ou pendant la recristallisation, le métal est très ductile et le contact intime des surfaces peut s'établir sous de faibles pressions [9,28].

### **II.1.3 Temps de soudage**

L'action du temps de soudage ne peut pas être considérée indépendamment des choix effectués pour la pression et pour la température de soudage [3,29]. En fonction des valeurs de ces deux paramètres, le temps de soudage requis pour produire une bonne liaison peut varier de quelques minutes à plusieurs heures [4,9]. Les mécanismes de fluage et de diffusion décrits précédemment dépendent du temps aussi bien que de la température [5,23]. Cependant, l'influence du temps est surtout significative pendant les phases 2 et 3 du soudage où la diffusion est prépondérante [24]. Le temps doit être suffisamment long pour permettre l'élimination complète des vides par diffusion des atomes vers l'interface et des lacunes hors de l'interface [5,24,30]. Toutefois, KAMMER et al. [24] notent que des temps trop importants peuvent être néfastes dans certains cas.

L'influence néfaste du temps sur la qualité du joint soudé est surtout sensible lors du soudage hétérogène. En effet, dans ce cas, un temps de soudage excessif peut engendrer soit l'apparition de porosités par effet Kirkendall, soit la croissance d'un composé intermétallique fragile [25]. D'un point de vue économique il est avantageux de limiter le temps de soudage. Ceci peut être réalisé en jouant sur les autres paramètres opératoires (température et pression).

#### **II. 1.4 Atmosphère de soudage**

Le soudage par diffusion requiert, en plus d'une propreté initiale des surfaces, une protection de celles-ci contre les contaminants pendant toute la durée de l'opération de soudage [2,5,13]. Cette protection est généralement assurée par une atmosphère contrôlée qui, en limitant la quantité d'oxygène dans l'enceinte de soudage pendant le chauffage de l'échantillon, protège l'interface de l'oxydation [25]. Différents auteurs [25,29,30] s'accordent à penser qu'un vide de l'ordre de  $10^{-1}$  à  $10^{-2}$  Pa donne les meilleurs résultats. Toutefois, TYLECOTE [31], KARLINSKY [32] et HAM [33] notent qu'à température ambiante un vide classique de  $10^{-2}$  à  $10^{-3}$  Pa est insuffisant pour provoquer la dissociation des oxydes de la plupart des métaux et pour empêcher l'oxydation de certains de ces derniers, surtout à température élevée. Par conséquent, si la présence d'une atmosphère protectrice minimise le problème de formation de l'oxyde, elle ne l'élimine pas complètement, rendant ainsi inévitable la présence d'un film d'oxyde résiduel sur les surfaces à assembler.

A partir de l'équation de LANGMUIR (2), OMAE et al. [30] ont calculé le nombre  $n$  de molécules d'oxygène heurtant  $1 \text{ cm}^2$  de surface par seconde.

$$n = 3.52.10^{22} P/\sqrt{MT} \quad (2)$$

où P :pression (mmHg)

M :masse moléculaire (g)

T :température (°K)

Il existe, pour des conditions classiques de soudage, une différence d'environ  $10^7$  molécules d'oxygène selon que les surfaces sont placées à l'atmosphère ambiante ( $10^5$  Pa) ou dans une pression réduite de  $10^{-2}$  Pa. Ces auteurs ont montré que la qualité de la jonction entre le nickel et l'acier Z2CND17.12 dépendait pour une large part du niveau du vide dans l'enceinte de soudage. Pour une pression de  $5 \cdot 10^{-2}$  Pa dans l'enceinte, la résistance à la traction du joint soudé varie entre 240 et 270 MPa. Par contre, aucune liaison n'est obtenue si la pression dans l'enceinte est uniquement de 10 Pa, cette différence étant due à la présence d'oxyde de chrome au niveau de l'interface.

## **II.2 - INFLUENCE DES PARAMETRES DE SURFACE**

La nature même des mécanismes mis en jeu dans le processus de réalisation de la liaison et le fait que l'on cherche à minimiser les déformations de soudage donnent toute son importance à la préparation des surfaces en contact. Il y a deux aspects à considérer dans cette préparation : d'une part, la microgéométrie de la surface et, d'autre part, les caractéristiques physico-chimiques des couches superficielles.

Il est très difficile d'appréhender et de prévoir analytiquement l'influence de ces paramètres physico-chimiques sur les caractéristiques mécaniques de la liaison. En effet, dans tous les modèles théoriques proposés jusqu'à présent, seul l'aspect géométrique des surfaces est pris en compte.

### **II.2.1 Préparation de la surface**

En pratique, l'objectif de la préparation des surfaces est double. Elle vise le plus souvent à obtenir des surfaces suffisamment planes et lisses en vue d'accroître l'aire de contact réel des deux matériaux à souder. D'autre part, elle permet d'éliminer de la surface les films d'oxydes et les films gazeux, aqueux ou organiques [9,34].

Les méthodes de préparation de surface les plus utilisées peuvent être regroupées en trois grandes catégories : les techniques mécaniques, les attaques chimiques et les nettoyages à l'aide de solvants. Ces différentes opérations peuvent être combinées et elles sont généralement effectuées à l'atmosphère ambiante.

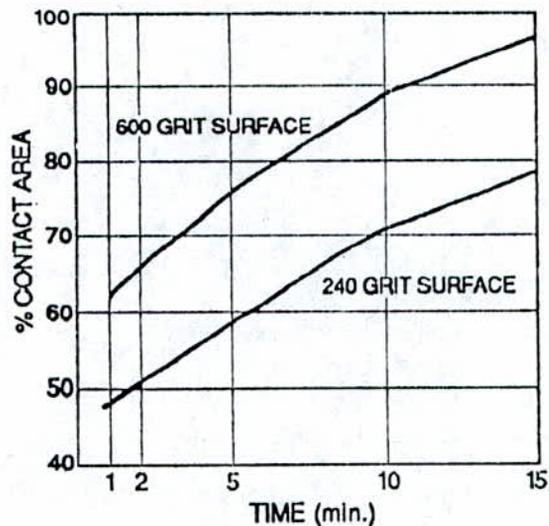
Les préparations mécaniques (usinage, polissage,...) ont pour but d'obtenir une bonne planéité des surfaces ainsi qu'une rugosité contrôlée de celles-ci. En plus de leurs aspects purement géométriques, ces méthodes mécaniques peuvent également avoir une influence non négligeable sur les processus ultérieurs de diffusion et de croissance des grains à travers l'interface. En effet, elles génèrent une couche écrouie de surface qui présente une densité importante de dislocations et une concentration notable en lacunes [19]. La recristallisation de cette couche écrouie tend à augmenter la vitesse et le taux de diffusion à travers l'interface [1,9,19]. En plus de la diffusion, la recristallisation et la croissance des grains sont des aspects importants, ils favorisent la coalescence des surfaces [34] et la migration des joints de grains interfaciaux vers une configuration plus stable qui minimise l'énergie interfaciale [8].

L'attaque chimique des surfaces dans une solution acide permet d'éliminer, d'une part, la couche d'oxyde et, d'autre part, la couche écrouie introduite lors de l'usinage. Un dégraissage des surfaces à l'alcool, à l'acétone, au trichloréthylène ou à l'aide de tout autre solvant est généralement effectué, cette opération étant souvent accompagnée de multiples rinçages.

### **II.2.2 Influence de la microgéométrie de surface**

La rugosité des surfaces en contact est un facteur important du mécanisme de réalisation de la liaison [25,35], tout particulièrement lors de la phase de développement du contact physique des surfaces [3,10]. Initialement, la surface réelle de contact entre les deux matériaux à souder est d'autant plus faible que la rugosité des surfaces est importante [10,13,25]. Cette différence joue tout au long de la phase de déformation plastique des aspérités. En effet, KING et OWCZARSKI [10] ont montré que le temps nécessaire pour obtenir un accroissement donné de la surface réelle de contact augmentait avec la rugosité

initiale de la surface fig(5). La taille des vides à l'interface étant en relation directe avec la microgéométrie des aspérités, une rugosité initiale trop importante génère à l'issue de la phase de déformation plastique de ces aspérités, des vides de taille importante qu'il sera difficile et long d'éliminer pendant les phases ultérieures du soudage [3,8,9,10,36]. Cependant, un accroissement de la température et/ou de la pression de soudage peut parfois compenser l'effet d'une plus grande rugosité [30]. On peut également noter que les matériaux malléable, pour lesquels les aspérités de surface peuvent facilement se déformer, requièrent pour être soudés un fini de surface moins poussé que celui des matériaux durs [25].



**Fig.5 - Soudage par diffusion du titane à 845°C.**

Variation de la surface réelle de contact en fonction du temps de soudage pour deux rugosités initiales des surfaces (d'après KING et OWCZARSKI [10]).

Il est généralement admis [31,35,36] que, pour la plupart des matériaux, la résistance mécanique du joint soudé augmente quand la rugosité initiale des surfaces en contact diminue. Ceci est notamment vérifié avec les liaisons soudées Cu-Ni fig(6) et Cu-Cu fig(7).

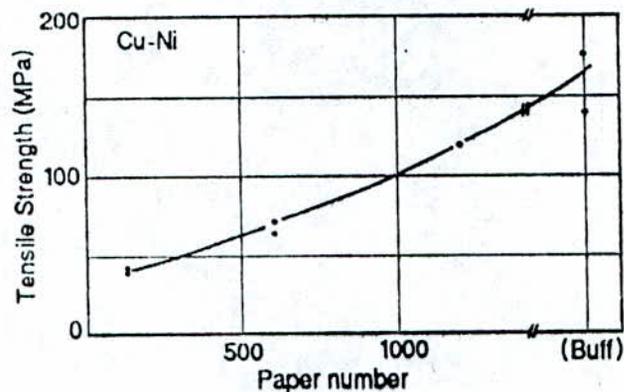


Fig.6 - Effet de la préparation initiale des surfaces sur la résistance à la traction des joints Cu-Ni (paramètres opératoires de soudage : 630°C, 10 MPa, 30 min) (d'après TRAI et al. [35]).

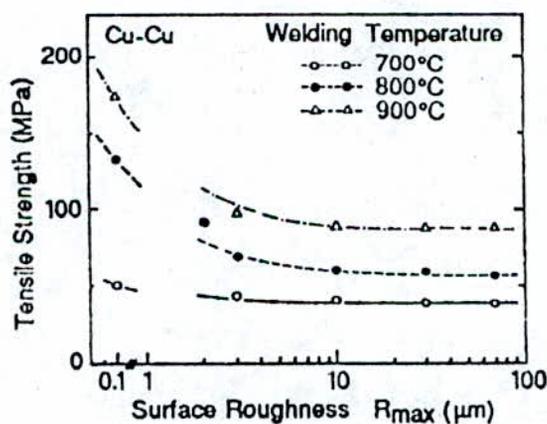


Fig.7 - Effet de la rugosité initiale des surfaces sur la résistance à la traction des joints de cuivre (paramètres opératoires de soudage : 5 MPa, 4 min) (d'après OHASHI et HASHIMOTO [36]).

### II.2.3 Influence des porosités

La présence de porosités au niveau de l'interface est une conséquence directe d'un contact initialement imparfait des surfaces. On pourrait penser que les vides engendrés par la rugosité des surfaces seraient, sous l'effet de la pression extérieure, comblés par déformation plastique et fluage des aspérités [25]. Cependant, les déformations de soudage par diffusion restent faibles d'un point de vue macroscopique, le remplissage des vides peut n'être que partiel. Si les vides résiduels à l'issue de cette phase de déformation des aspérités occupent moins de 5% de la section du joint, ils peuvent ensuite être complètement éliminés par un simple maintien en température, même sans application d'une pression extérieure [10].

La qualité de la liaison est à mettre en relation avec la migration de l'interface hors de son plan initial, ce mécanisme étant lié à l'augmentation de la taille des grains. Les vides résiduels à l'issue de la phase de déformation plastique peuvent bloquer cette migration. Ce phénomène a été mis en évidence par CUNNINGHAM et al. [21] lors du soudage par diffusion du cuivre.

La qualité du joint est en partie caractérisée par la quantité des vides présents à l'interface [10,37]. Il existe ainsi une certaine corrélation entre le pourcentage de surface réellement soudée et la résistance à la traction du joint fig(8).

KINZEL [1] considère que le meilleur critère de qualité du joint soudé est la disparition complète de l'interface initiale par recristallisation et croissance des grains à travers celle-ci. Cette croissance des grains peut cependant conduire à une certaine perte de ductilité.

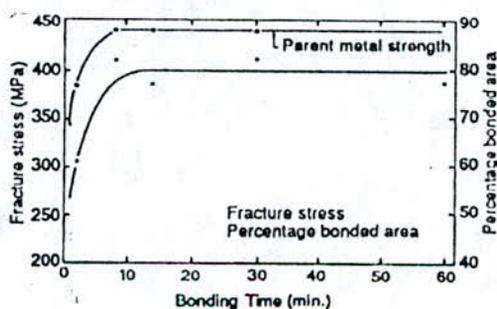


Fig. 8 - Variation conjointe de la résistance à la traction du joint et du pourcentage de surface réellement soudée en fonction du temps de soudage (paramètres opératoires de soudage : 1000°C, 7 MPa)  
(d'après ELLIOT et al. [37]).

Chapitre III

CRITERES DE VERIFICATION DES ASSEMBLAGES

ET LIMITATIONS DU PROCEDE DE SOUDAGE PAR DIFFUSION

*Chapitre III***CRITERES DE VERIFICATION DES ASSEMBLAGES  
ET LIMITATIONS DU PROCEDE DE SOUDAGE PAR DIFFUSION****III.1 - PREVISION DES CARACTERISTIQUES DE TRACTION DES  
ASSEMBLAGES SOUDES PAR DIFFUSION DANS LES CONDITIONS  
OPTIMALES**

Pour estimer à priori le lieu de la rupture et la résistance à la traction d'un assemblage hétérogène soudé par diffusion dans des conditions optimisées, il faut :

- considérer la configuration de la jonction (correspondant à l'existence ou non des couches intermédiaires : configuration AB de deux métaux A et B soudés directement, ou AIB avec un intermédiaire I).
- prendre en compte le confinement subi par l'intermédiaire.
- comparer les limites d'élasticité des matériaux en présence.
- examiner la compatibilité métallurgique des métaux en contact.

La figure 9 résume les différentes configurations possibles et le comportement mécanique que l'on peut attendre pour chacune d'elles. Six cas principaux sont répertoriés; ils sont illustrés par les exemples regroupés dans le tableau 2.

En ce qui concerne le soudage homogène sans intermédiaire, il s'agit d'un cas analogue à celui de l'assemblage de deux métaux compatibles (cas 5 de la figure 9)

Le tableau 2 regroupe les types d'assemblages et leurs performances, à savoir la résistance à la traction  $R_{MJ}$  et le lieu de rupture [36].

Configuration des assemblages	$\chi$	Cas de la Fig. 9	Caractéristiques attendues		Caractéristiques observées	
			$R_M$ (MPa)	Lieu rupt	$R_M$ (MPa)	Lieu rupt
Ti/Ti	-	5	430	Ti	430	Ti
Ti/Ta/Ti	4.4	3	$250 < R_M < 430$	Ta	340-360	Ta
Ta6V/Ta/TA6V	0.4	3	$250 < R_M < 900$	Ta	380	Ta
Ti/Nb/Ti	0.4	3	$220 < R_M < 430$	Nb	320	Nb
Ti/Zr	-	5	430	Ti	430	Ti
Zr/Zr	-	5	465	Zr	465	Zr
Zr/Ta/Zr	0.4	3	$250 < R_M < 465$	Ta	360	Ta
Zr/Nb/Zr	0.4	3	$220 < R_M < 465$	Nb	320	Nb
Zy/Inox	-	6	270	Interface	200-300	Interface
Zy/Ti-V-Cu/Inox	0.01(Cu)	3	$200 \leq R_M \leq 565$	Interméd	440-500	Cu
Mo/l° <sub>2</sub> /Inox	0.01	4	$R_{E12} \leq R_M \leq 565$	Intreface	400	Int. Inox/l <sub>2</sub>
Mo/l <sub>1</sub> -Ta-l <sub>1</sub> /Mo	0.04(Ta) 0.03(l <sub>1</sub> )	3	$250 < R_M < 720$	Interméd	340	Ta
Mo/l <sub>1</sub> /W/l <sub>1</sub> /Mo	0.03(l <sub>1</sub> )	5	$595 \leq R_M \leq 720$	Interméd	720	W
TZM+l <sub>1</sub> /TZM	0.03	5	$R_M \leq 910$	TZM	880	l <sub>1</sub>
Ta/Inox	-	6	250	Interface	200-300	Interface
Inox/Ag°-Ta-Ag/Inox	0.4(Ta)	4	$206 \leq R_M \leq 565$	Interface	250-310	Int. Ag/Inox

Tableau 2 - Exemple d'assemblages (d'après HOURCADE [36]).

\* l = intermédiaire adéquat.

+ TZM = alliage de molybdène contenant du titane et du zirconium.

$\chi$  : Le confinement.

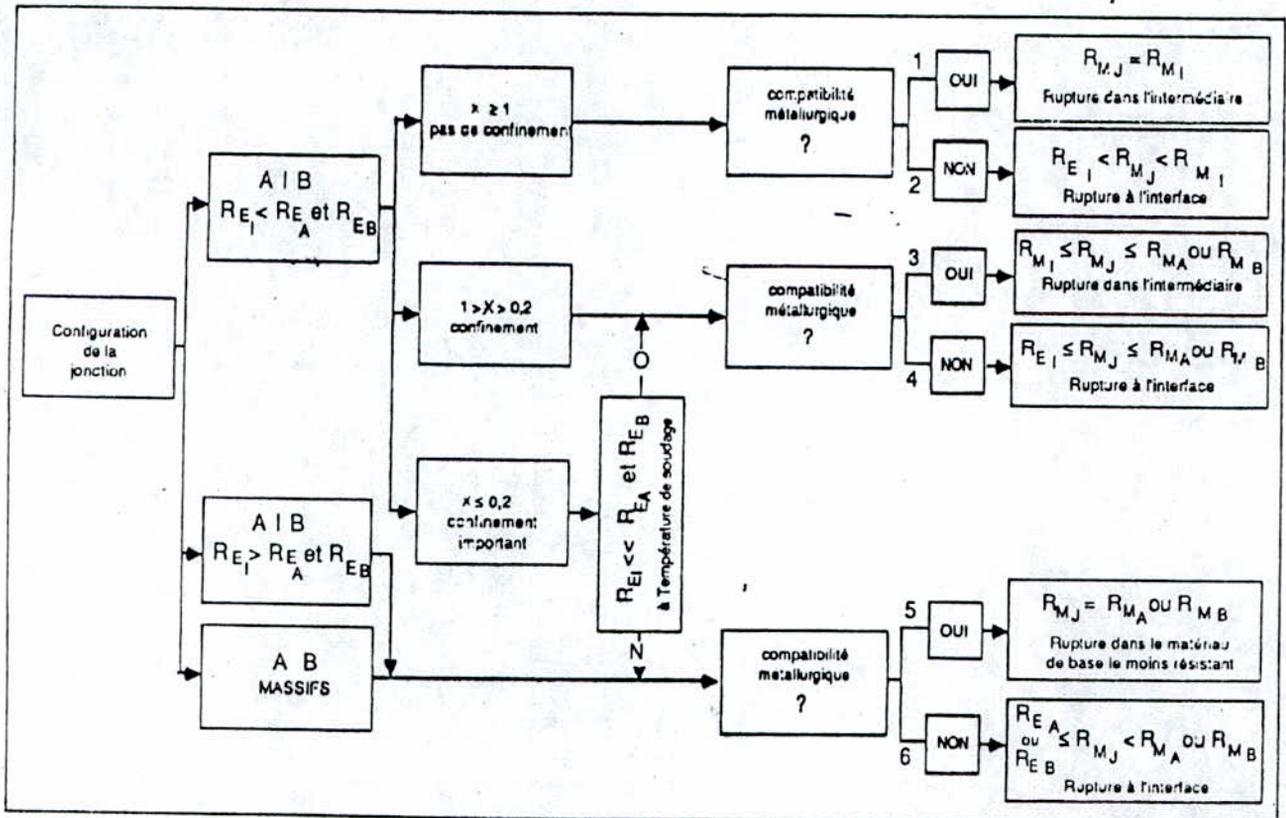


Fig.9 - Les différentes configurations de jonction et le comportement mécanique  
(D'après HOURCADE [36]).

$\chi$  : Le confinement.

$R_{MJ}$  : La résistance de la jonction.

$R_{MI}$  : La résistance de l'intermédiaire.

$R_{MA}$ ,  $R_{MB}$  : La résistance des métaux.

$R_{EA}$ ,  $R_{EB}$  : La limite d'élasticité du métal.

$R_{EI}$  : La limite d'élasticité de l'intermédiaire.

### **III.2 - CONTROLE NON DESTRUCTIF DES JOINTS SOUDES PAR DIFFUSION**

Les jonctions réalisées par soudage par diffusion sont d'une nature telle que les défauts résiduels présents à l'interface sont de très petite taille. Ils peuvent, par contre, être très nombreux et avoir une influence néfaste sur la tenue aux chocs ou en fatigue de la liaison [36]. Les principaux défauts à redouter proviennent généralement d'un manque de liaison dû à la rugosité initiale des surfaces. Ces microdéfauts sont difficilement détectables car leur section est très faible (quelques dizaines de  $\mu\text{m}$  de diamètre) et leur épaisseur (ouverture) peut être quasiment nulle (de 1 à 2  $\mu\text{m}$ ) [19].

Compte tenu de la taille des défauts rencontrés, les techniques classiques de contrôle non destructif développées pour inspecter les joints soudés par fusion ne sont généralement pas assez sensibles pour être appliquées directement au contrôle des liaisons par diffusion [38]. Il en est ainsi de la radiographie X [19,25].

Le contrôle par ultrasons des joints soudés par diffusion semble parfois donner des résultats intéressants, cependant il convient d'être prudent car certains défauts créés artificiellement n'ont pu être détectés suivant cette méthode [19]. Seuls les défauts de décohésion de section au moins égale à  $0.1\text{--}0.2\text{ mm}^2$  et d'ouverture supérieure à 1  $\mu\text{m}$  peuvent être décelés par les ultrasons [18]. La résolution des techniques classiques d'inspection ultrasonore se révèle généralement insuffisante pour détecter les défauts résiduels dans les joints soudés par diffusion [39].

Ainsi, en microscopie acoustique, on obtient une résolution proche de  $50\mu\text{m}$  en travaillant à une fréquence de l'ordre de 140 MHz. Cette technique ne permet donc pas la détection des petits vides résiduels présents dans une bonne soudure. Par contre, elle offre la possibilité de distinguer les bonnes et les mauvaises liaisons. La microscopie acoustique est cependant un procédé qui reste limité au contrôle des pièces de faible épaisseur. Il est également possible d'étudier par émission acoustique les transitions structurales du joint lors du soudage.

D'autres techniques de contrôle non destructif ont été ponctuellement utilisées avec succès. on peut citer, entre autres, le contrôle d'étanchéité à l'hélium des joints soudés [24,30] ou le contrôle par thermographie de la zone de contact.

Malgré quelques résultats encourageants, le contrôle non destructif des joints soudés par diffusion reste à l'heure actuelle très incertain [19,25]. Cette difficulté impose de contrôler la qualité de la liaison par des méthodes destructives. Cette validation a priori de la procédure opératoire de soudage d'un couple de matériaux donnés, suppose par la suite un contrôle très strict des paramètres de soudage pendant tout le processus de jonction [3,25].

### **III.3 - CONTROLE DESTRUCTIF DES JOINTS SOUDER PAR DIFFUSION**

Les observations et caractérisations des interfaces et faciès de rupture se font par :

- Un examen en micrographie optique pour évaluer la nouvelle cristallisation; cet examen pourra être suivie par des mesures de dureté.
- Des examens à la microsonde de Castaing pour connaître, au droit du joint, l'évolution des concentrations des différents éléments de l'alliage étudié.
- Des examens à fort grossissement de cassures pour visualiser les zones de non soudage, d'arrachements, éventuellement de fragilité.
- Des examens par microscopie électronique (M.E.T) pour mettre en évidence les différentes phases de la zone soudée.

En complément à ces examens, il est nécessaire d'effectuer une caractérisation mécanique des liaisons par rapport au matériau de base, en adoptant d'autres essais comparatifs :

- Essai de traction
- Essai de flexion
- Essai de résilience
- Essai de torsion
- Essai de fatigue

### **III.4 - AVANTAGES ET INCONVENIENTS DU SOUDAGE PAR DIFFUSION**

Le soudage par diffusion est un procédé d'assemblage qui, en dépit de certaines contraintes, s'est largement développé. Les avantages et les inconvénients de ce procédé peuvent être résumés [2,4,9,13,19,30] de la façon suivante :

#### **☺ Avantages du soudage par diffusion**

Les avantages que l'on recherche dans le soudage par diffusion sont :

- Possibilité de souder un grand nombre de matériaux semblables ou dissemblables et, en particulier, certains matériaux impossibles à souder par fusion.
- Possibilité d'obtenir des propriétés et une microstructure du joint très voisines de celles du métal de base.
- Possibilité de réalisation simultanée de plusieurs joints (multicouches) ou de plusieurs pièces (par soudage isostatique).
- Possibilité de réalisation de joints de grande section présentant une bonne étanchéité aux gaz.
- Absence de fissuration dans le joint.
- Peu ou pas de problèmes d'oxydation du joint.
- Possibilité de soudage de pièces de formes complexes en une seule opération.
- Réalisation de joints difficilement accessibles.
- Possibilité d'un gain de poids : par exemple, pour la réalisation de nids d'abeilles, ALBOM [2] note que la technique de soudage par diffusion autorise, du fait de l'absence de métal d'apport, un gain de poids d'environ 2 Kg/m<sup>2</sup> par rapport au brasage.
- Le traitement thermique peut faire partie du cycle de soudage, évitant ainsi une étape supplémentaire dans le cycle de fabrication.
- Possibilité de réaliser une liaison entre un métal et un matériau non métallique.

⊗ **Inconvénients du soudage par diffusion**

Les inconvénients du soudage par diffusion sont :

- Mise au point délicate des paramètres de soudage.
- Nécessité d'une préparation soignée des surfaces en contact.
- Formation éventuelle de défauts à la périphérie du joint (ces défauts sont néfastes à une bonne tenue en fatigue de la liaison).
- Le contrôle non destructif des joints soudés reste incertain.
- Problème de la réparation des joints soudés.
- le soudage par diffusion est un procédé relativement coûteux.

*Deuxième partie*

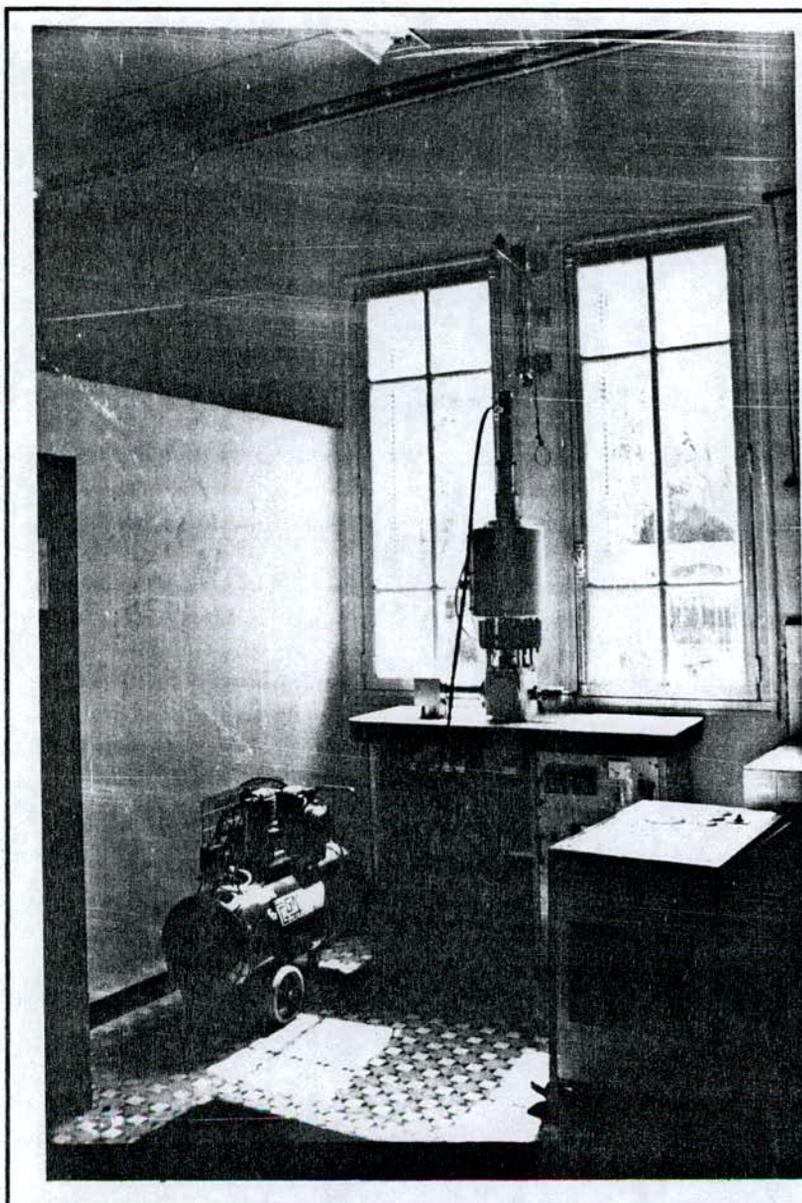
**ETUDE EXPERIMENTALE**

## Chapitre IV

CONCEPTION ET REALISATION DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL

*Chapitre IV***CONCEPTION ET REALISATION DU DISPOSITIF  
EXPERIMENTAL****IV.1 - ELEMENTS DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL**

Le montage expérimental à été entièrement conçu, réalisé et mis au point au laboratoire de métallurgie dans le cadre des études de soudage par diffusion. Une vue d'ensemble de ce dispositif expérimental est présentée sur la figure 10.



**Fig.10** - Vue d'ensemble du montage expérimental utilisé pour le soudage par diffusion.

L'appareillage utilisé dans cette étude a été entièrement rassemblé au laboratoire de métallurgie de l'école nationale polytechnique.

Il est composé d'un dispositif de porte échantillon, introduit à l'aide d'un levier dans le four sous vide. Le four et le système de pompage de l'air sont refroidis grâce à un refroidisseur à eau.

La pression de soudage des pièces est effectuée par un vérin pneumatique alimenté par un compresseur à air.

#### **IV.1.1 Vérin pneumatique**

Cet élément se compose essentiellement de deux pièces en acier (cylindre et piston). Son rôle dans l'expérimentation est d'exécuter une pression déterminée afin de réaliser le soudage des pièces.

Le vérin utilisé dans cette étude est de type hydraulique à (huile) fig(11). Il est alimenté par un compresseur à air à débit réglable. Une adaptation a été effectuée afin d'assurer l'application de la pression.

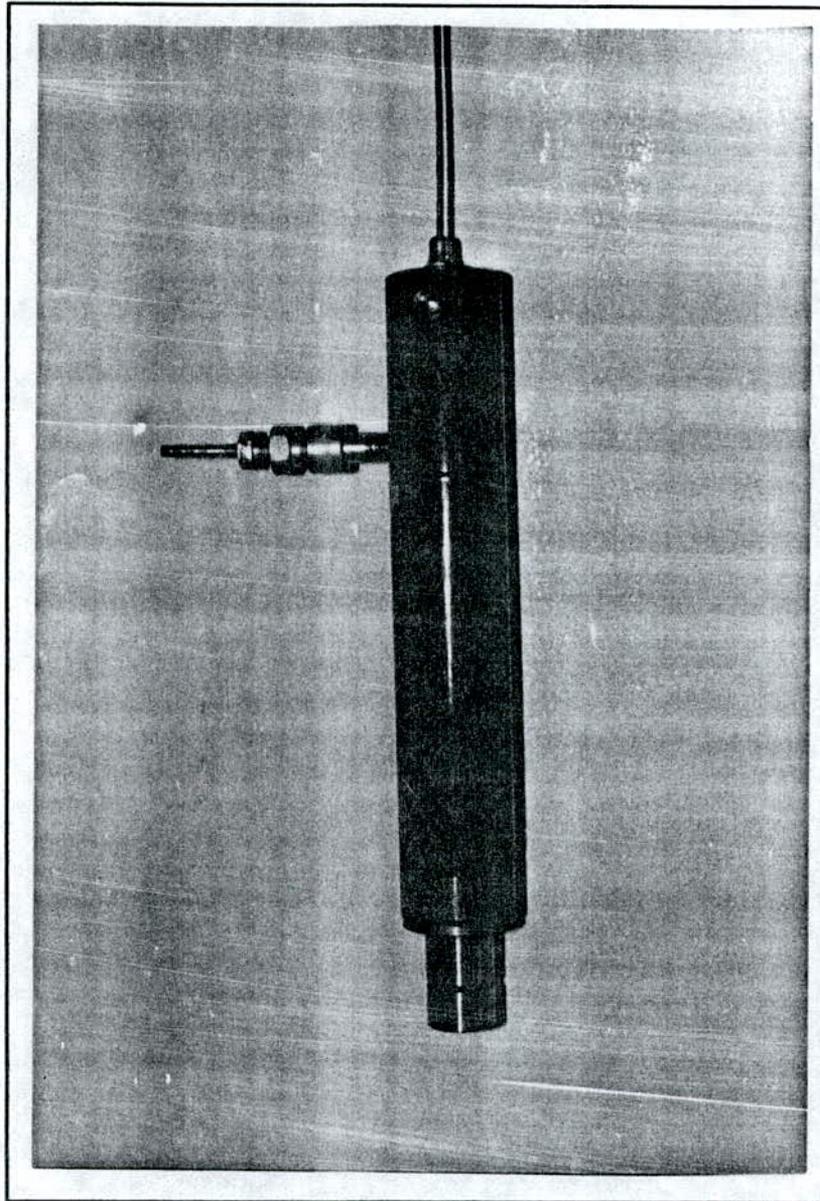


Fig.11 - Vue du vérin

#### IV.1.2 Compresseur à air

Cet appareil, est doté d'une citerne hermétique, d'un moteur d'entraînement et d'un bloc à compression d'une puissance de 10 bar fig(12).

Son utilité dans cette expérimentation est la régulation d'une pression suffisante en air, afin d'exercer une pression statique sur le vérin sus cité.



Fig.12 - Vue du compresseur à air

### IV.1.3 Refroidisseur à eau

Cet appareil est doté d'un échangeur de chaleur, d'une pompe de circulation et d'un compresseur frigorifique.

Le principe de cette appareil est de refroidir l'eau chaude provenant du four et de la pompe à vide secondaire lors de la manipulation fig(13).

L'eau provenant du four atteint généralement une température élevée, celle-ci est dirigée vers l'échangeur afin de dissiper toute la chaleur. A la sortie de l'échangeur, l'eau refroidie est réinjectée vers le four par le biais de la pompe de circulation.



Fig.13 - Vue du refroidisseur d'eau

#### **IV.1.4 Four**

Le four de type TRC 50 à élément chauffant en carbure de silicium est monté dans une carcasse à double paroi permettant une circulation d'eau. Le pilotage en est assuré par un thermocouple associé à un régulateur à programme dont l'alimentation est contrôlée en permanence à partir d'un circuit thyristors protégé par des sécurités.

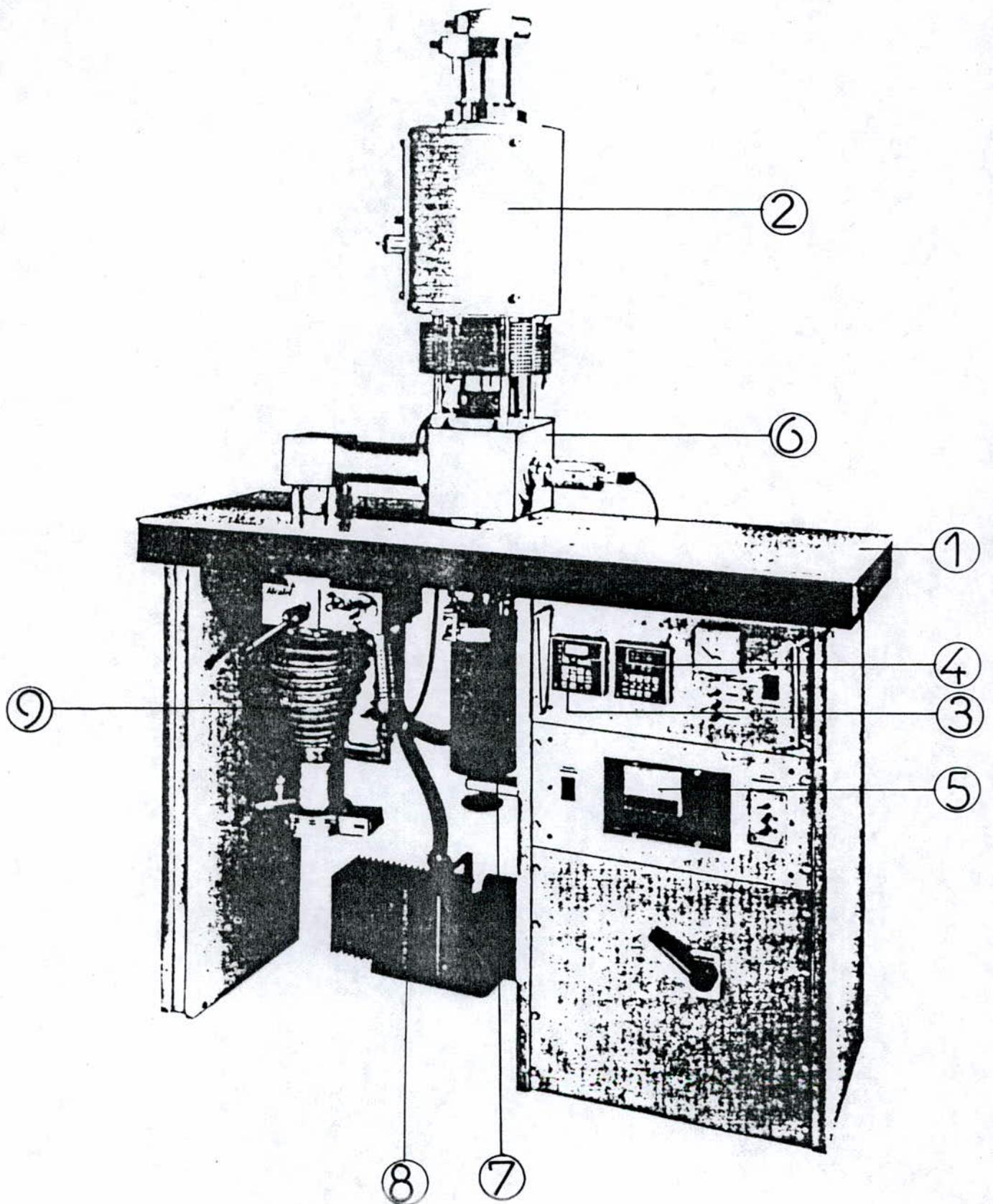
Ce four est équipé d'un tube en alumine fritté de diamètre égale à 45 mm , ainsi qu'une sécurité d'écoulement de fluide placée en amont coupe le circuit électrique en cas de manque d'eau.

Son utilisation dans ce projet permet la réalisation d'essais à l'air, sous atmosphère contrôlée ou sous vide (primaire ou poussé), à des températures allant jusqu'à 1500°C.

Le dispositif fig(14) comprend :

1. Une table métallique avec pieds-armoire contenant les équipements d'alimentation de l'installation
2. Four
3. Régulateur numérique
4. Programmeur numérique
5. Jauges à vide (Penning et Pirani)
6. Un cube à vide prévu pour le raccordement du four, du vase de trempe et du groupe de pompage
7. Un vase de trempe
8. Une pompe primaire à double étage
9. Une pompe secondaire à diffusion d'huile

Fig.14 - Equipement du four



#### **IV.1.5 Dispositif du porte échantillon**

Le dispositif du porte échantillon est un ensemble formé de cinq (5) pièces assemblées et soudées dans l'ordre suivant :

- |                        |                      |
|------------------------|----------------------|
| 1. cylindre loge vérin | (fig.17 , pièce -A-) |
| 2. bride de fixation   | (fig.17 , pièce -B-) |
| 3. tige coulissante    | (fig.18 , pièce -C-) |
| 4. porte échantillon   | (fig.18 , pièce -D-) |
| 5. tablier             | (fig.18 , pièce -E-) |

Ce dispositif est représenté par une photographie fig(15) et une coupe schématique transversale fig(16).

##### **Cylindre loge vérin**

C'est une pièce en fonte grise, usinée au tour. Elle permet de maintenir le vérin verticalement à l'aide de quatre (4) vis de fixation (tête à 6 pans creux), et au piston de coulisser le long du cylindre.

##### **Bride de fixation**

C'est une pièce en fonte grise, usinée au tour. Son rôle est de supporter le vérin et le loge vérin sur la partie supérieure, et le porte échantillon sur la partie inférieure qui se loge à l'intérieur du four.

Cette bride est fixée par quatre vis de fixation (à têtes à 6 pans creux) sur la partie supérieur du four.

##### **Tige coulissante**

C'est une pièce en acier inoxydable réfractaire de nuance Z 8 C 17. Cette pièce transmet la pression aux pièces à souder par l'intermédiaire du vérin.

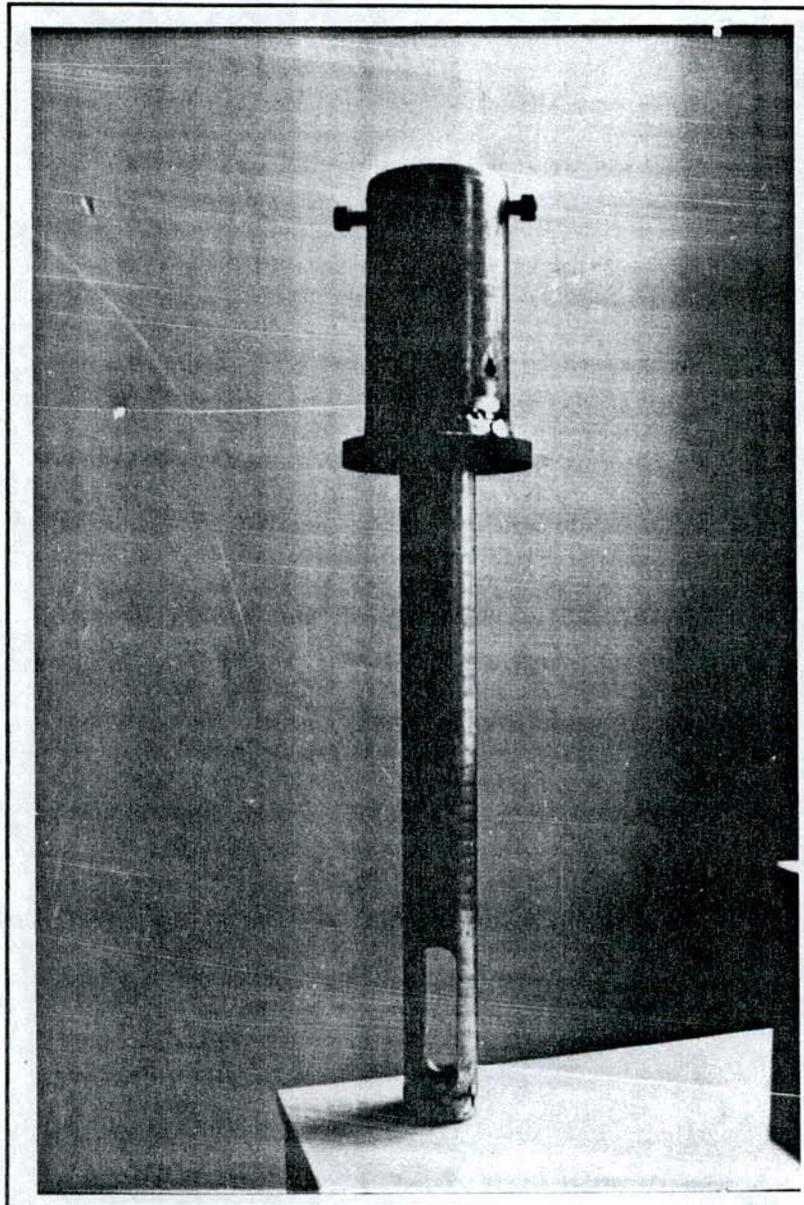


Fig.15 - Vue du dispositif de porte échantillon.

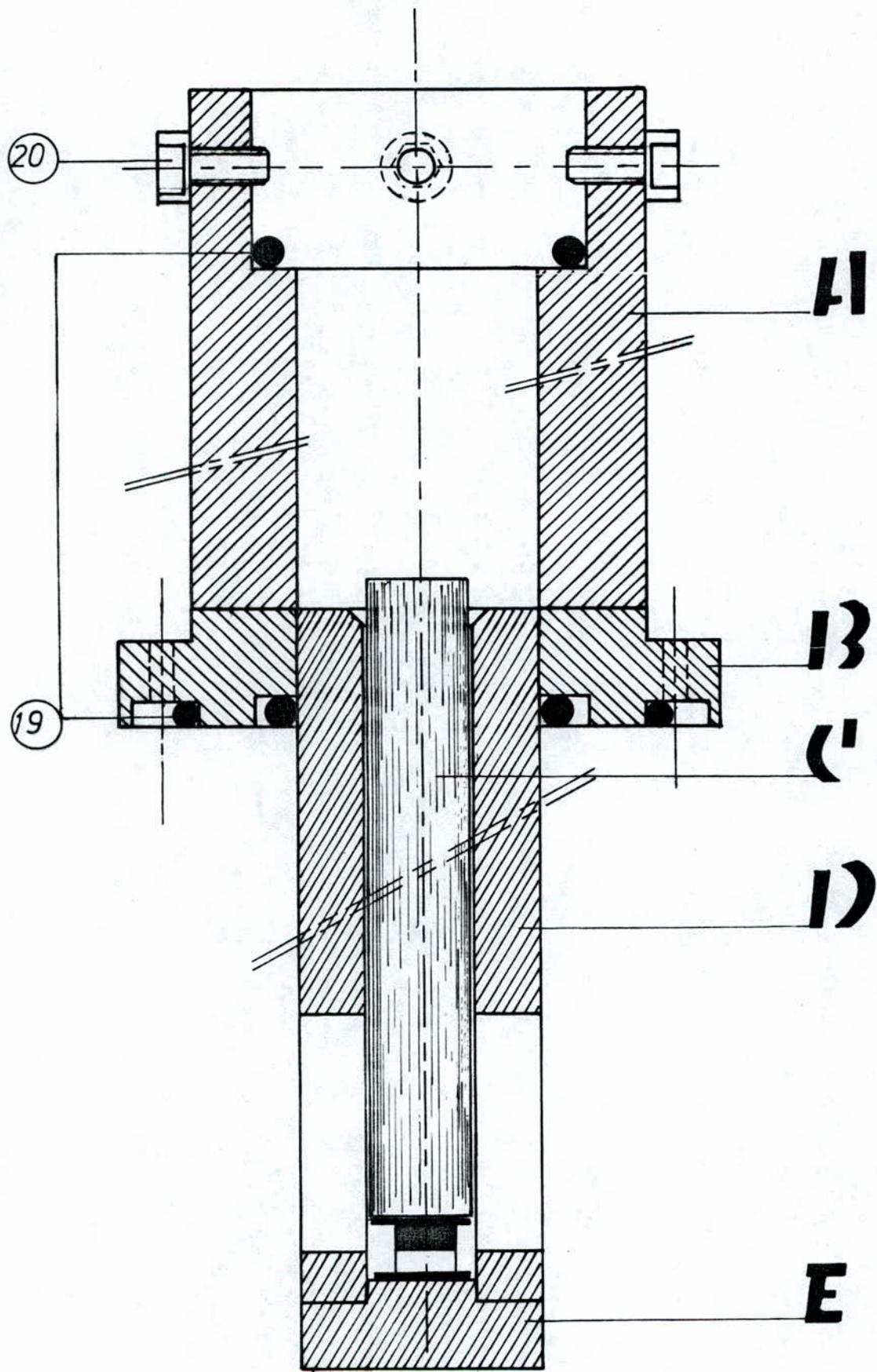
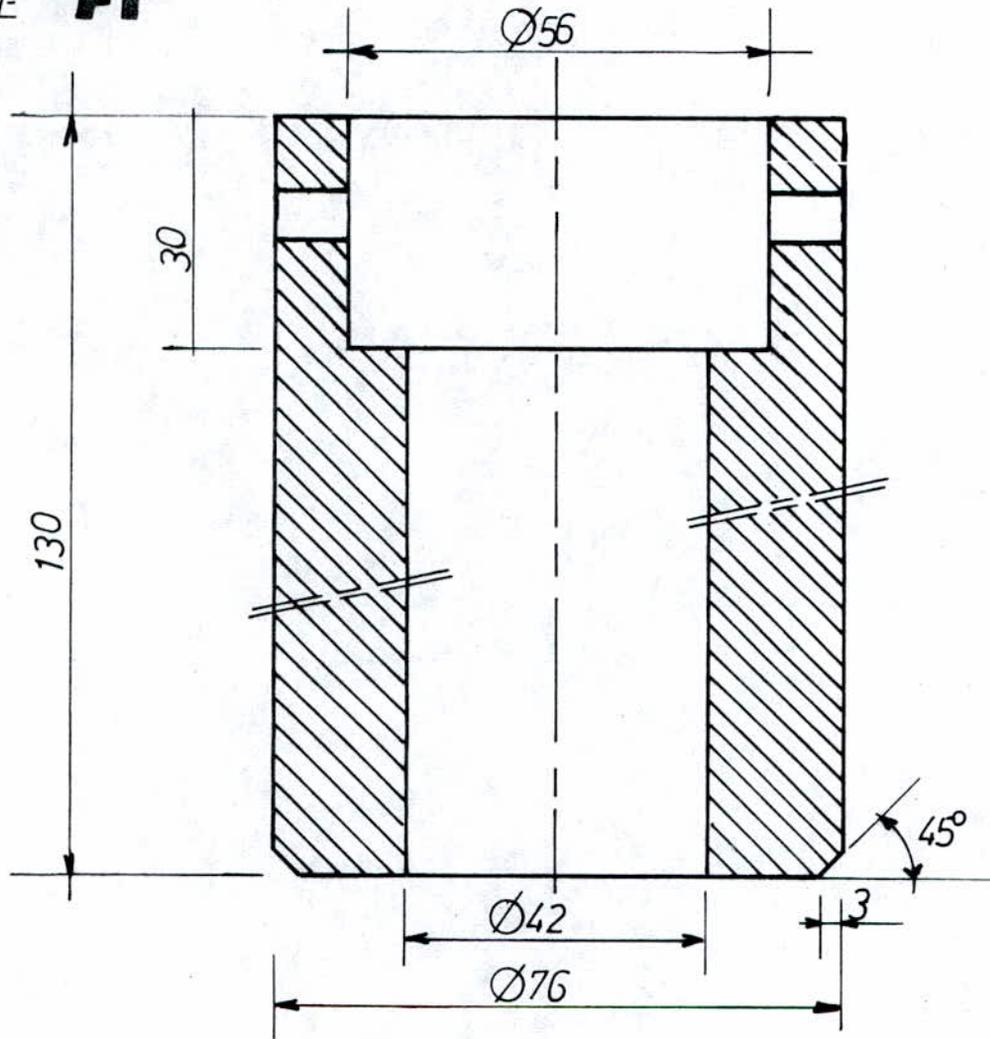


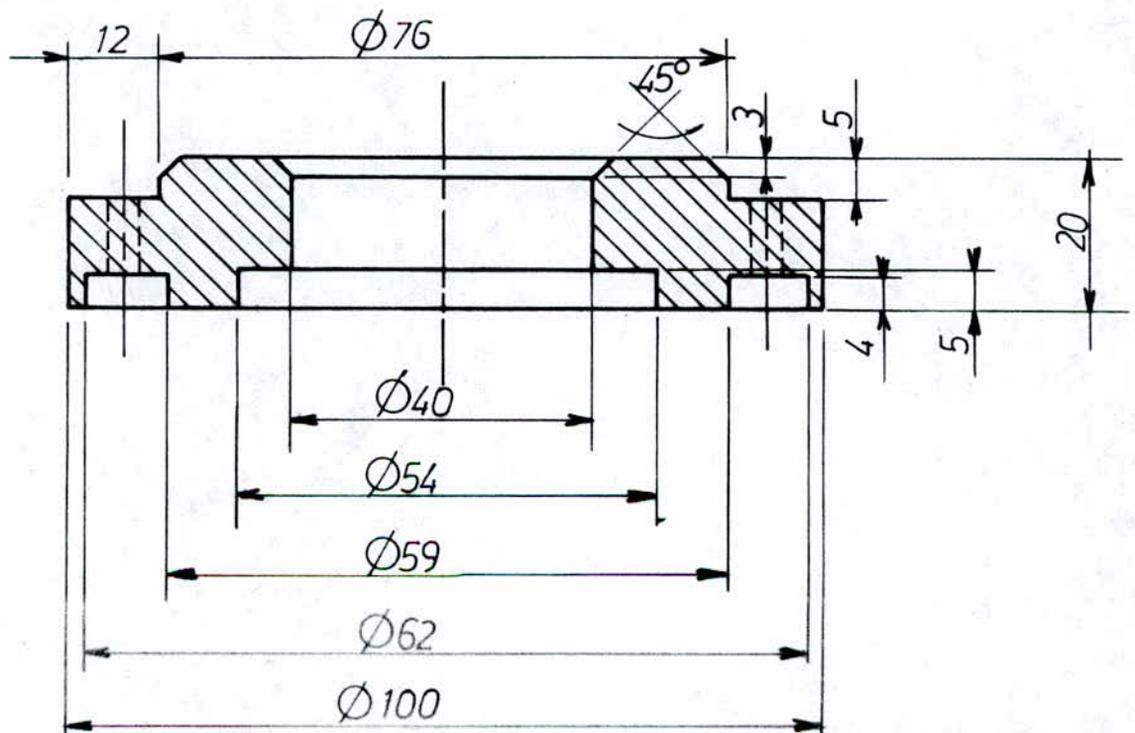
Fig. 16 - Coupe transversale du dispositif de porte échantillon.

Fig.17 - Coupe transversale des pièces A et B.

PIECE **A**



PIECE **B**



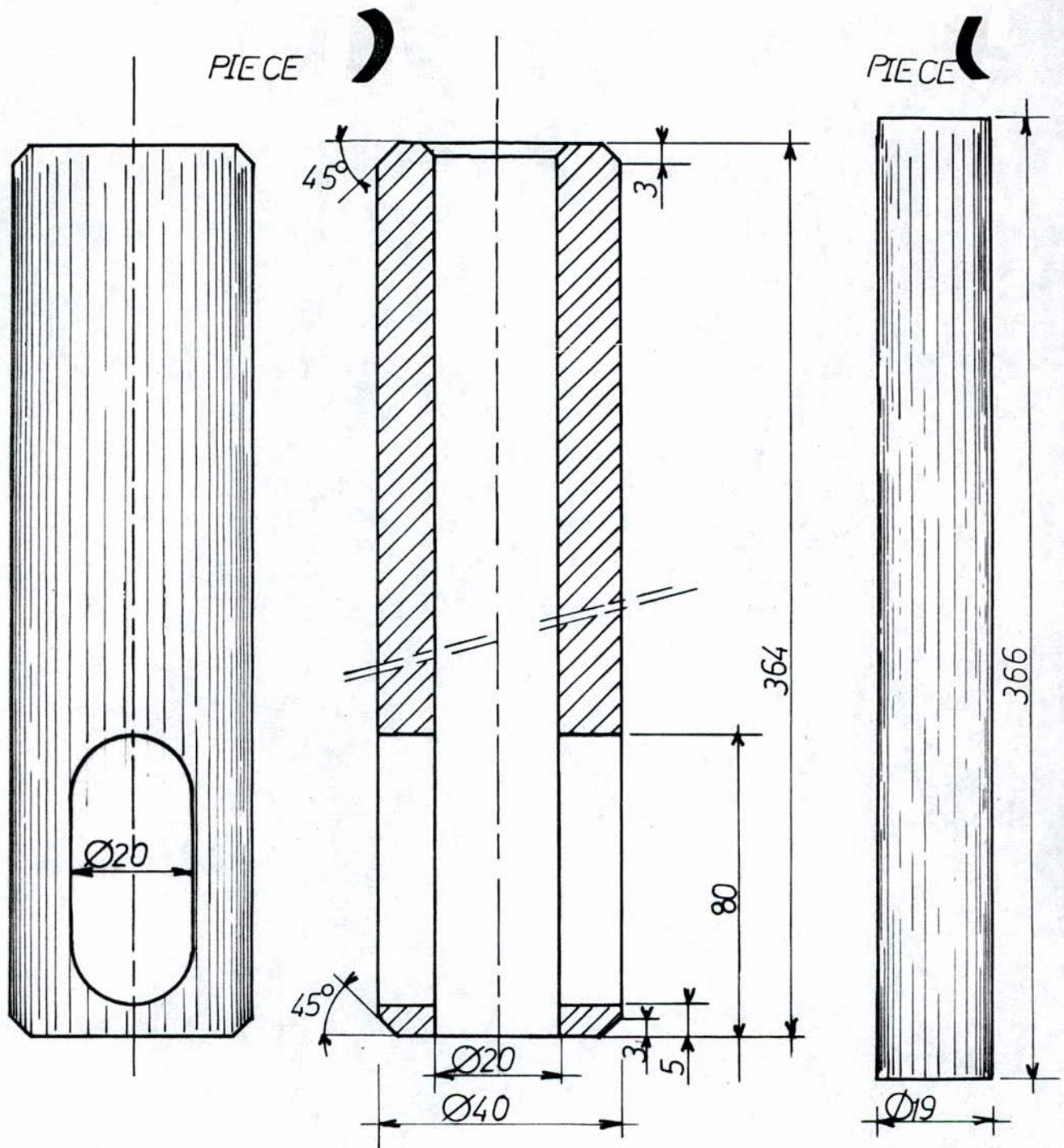


Fig.18 - Coupe transversale des pièces C, D et E.

### **Porte échantillon**

C'est une pièce en acier inoxydable réfractaire de nuance Z 8 C 17 usinée au tour. Un perçage à été réalisé de part en part afin de permettre à la tige de coulisser.

Cette pièce possède à son extrémité inférieur une lumière de part et d'autre usiné, afin de permettre l'introduction des pièces à souder.

### **Tablier**

C'est une pièce en acier inoxydable réfractaire de nuance Z 8 C 17. Cette pièce possède une assiette plane permettant aux pièces à souder d'y reposer.

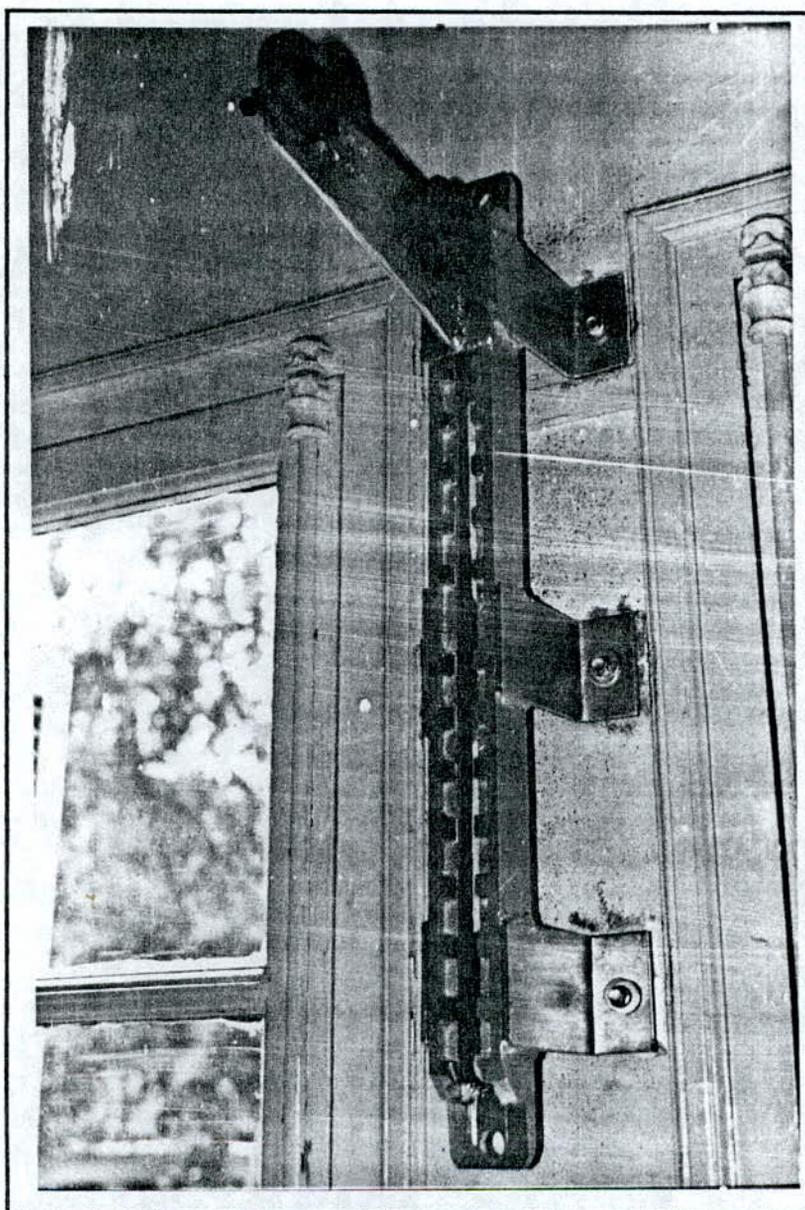
Cette pièce adhère au porte échantillon à son extrémité par soudage.

#### **IV.1.6 Levier du porte échantillon**

Le dispositif de levage du vérin et du porte échantillon est formé d'un support métallique sur lequel sont fixées deux poulies, un câble en acier et une barre de guidage comme le montre la figure ci-dessous fig(19).

Ce dispositif est représenté par une photographie fig(19) et une coupe schématique transversale fig(20).

L'utilité de ce dispositif est de faciliter la pénétration ainsi que l'extraction du vérin et du porte échantillon du four par l'intermédiaire du câble en acier fig(21).



**Fig.19 - Vue du dispositif de levier.**

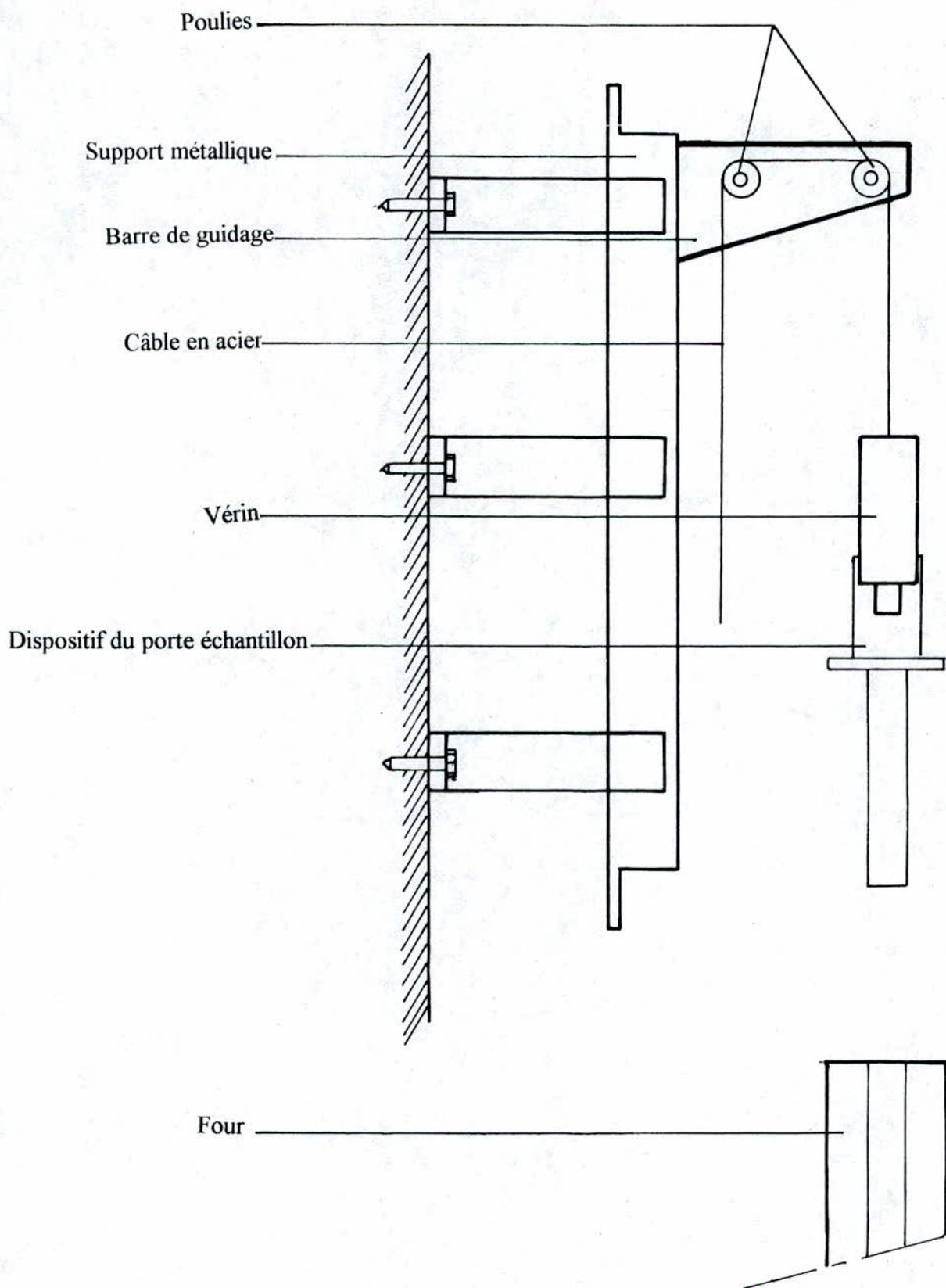


Fig.20 - Coupe transversale du système de levier avec le porte échantillon.

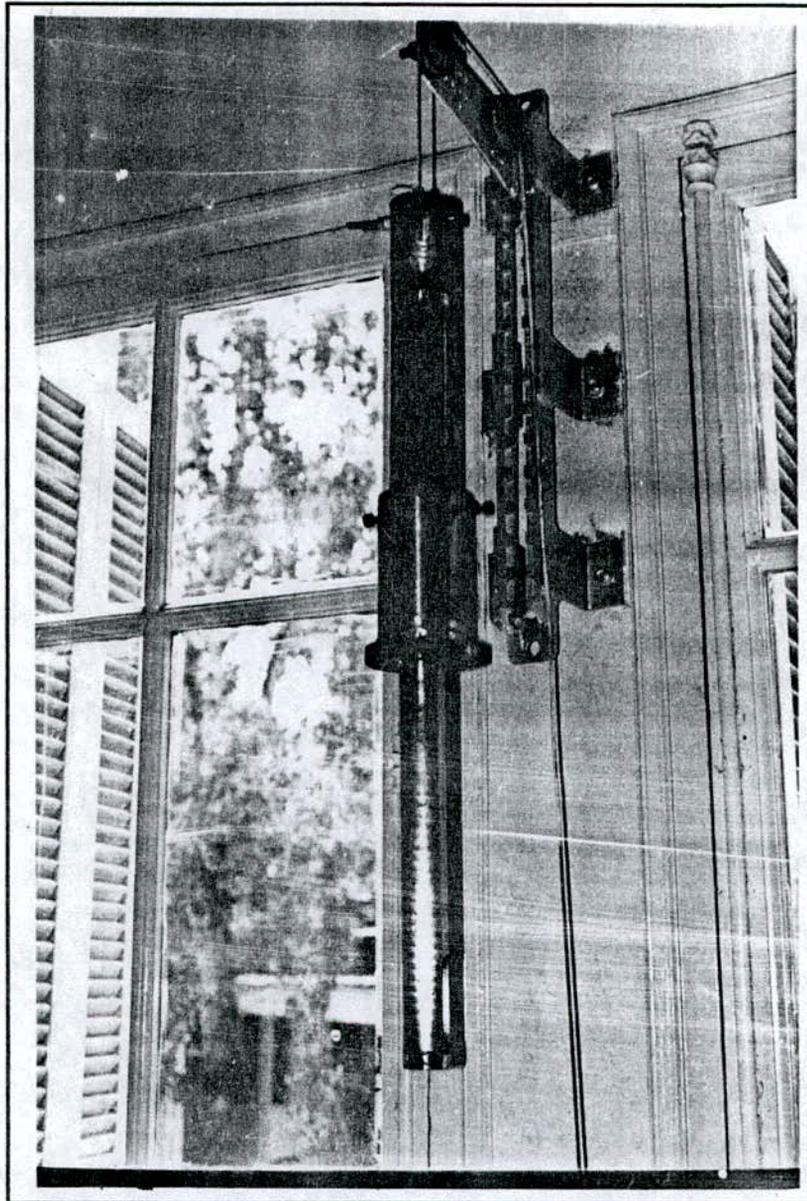


Fig.21 - Vue d'ensemble du montage entre le vérin, le porte échantillon et le levier.

#### **IV.1.7 Critères de choix et caractéristiques des pièces utilisées dans le dispositif de porte échantillon**

Les pièces utilisées dans le dispositif de soudage par diffusion, ont été choisies pour des raisons de technologie et de fonctionnement. Ainsi le cylindre loge vérin, la bride de fixation sont en fonte grise. Tandis que la tige coulissante, le porte échantillon et le tablier sont en acier inoxydable réfractaire.

##### ***a) Résistance mécanique en traction***

Le porte échantillon et le tablier sont sollicités à des pressions de traction, leur limite élastique est supérieure à 245 MPa, cette limite ne risque pas d'être atteinte car le soudage par diffusion est un procédé auquel la pression ne dépasse pas 70 MPa.

##### ***b) Résistance mécanique en compression***

La tige coulissante résiste à la compression et au flambage.

##### ***c) Résistance aux chocs thermiques***

La tige coulissante, le tablier et le porte échantillon sont sollicités aux chocs thermiques en raison du cycle de traitement thermique du soudage par diffusion. Ces pièces en acier inoxydable réfractaire résistent aux chocs thermiques.

##### ***d) Critères technologique***

Les pièces en acier inoxydable sont adaptées au soudage à l'arc avec électrode enrobée.

##### ***e) Dilatation thermique***

Le choix des pièces en acier inoxydable a été fait en raison de leur faible coefficient de dilatation thermique à haute température (voir paragraphe IV.2).

Les pièces en fonte ne sont pas sollicitées à des pressions de traction, compression, ni aux chocs thermiques et au dilatation thermique, du fait qu'ils sont à l'extérieur de l'enceinte du four. Leurs choix ont été fait en raison de leurs disponibilité et usinabilité.

## IV.2 - CALCUL DE DILATATION THERMIQUE DES PIÈCES

Pour des raisons de sécurité et de bon fonctionnement, les pièces du dispositif de porte échantillon, qui sont sollicitées à des températures hautes sont étudiées afin de déterminer leurs variations des dimensions avec la température.

Les pièces du dispositif qui sont sollicitées à des températures hautes sont celles qui pénètrent dans l'enceinte du four; les plus importantes sont dans le tableau suivant :

	Nuance	Diamètre (mm)		Longueur (mm)
		extérieur	intérieur	
<b>Port échantillon</b>	Z 8 C 17	40	20	364
<b>Tige coulissante</b>	Z 8 C 17	19		366

*Le calcul de dilatation thermique :*

La longueur des pièces citées ci-dessus varie en fonction de la température suivant la loi :

$$l = l_0 \cdot (1 + \alpha \cdot T) \quad (3)$$

$l_0$  : étant la longueur initiale des pièces à 0°C.

comme la variation de la longueur est égale à :

$$\Delta l = l - l_0 \quad (4)$$

donc on a :

$$\Delta l = l_0 \cdot \alpha \cdot T \quad (5)$$

<b>T (°C)</b>	<b>100</b>	<b>300</b>	<b>500</b>	<b>800</b>	<b>1000</b>
<b><math>\alpha \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}</math></b>	<b>10.2</b>	<b>10.8</b>	<b>11.5</b>	<b>12.5</b>	<b>13</b>
<b><math>\Delta l_p</math> (mm)</b>	1.38	2.25	3.23	4.88	6.02
<b><math>\Delta l_T</math> (mm)</b>	1.39	2.26	3.25	4.9	6.05

La largeur des pièces cité ci-dessus varie en fonction de la température suivant la loi :

$$d = d_0 \cdot (1 + \alpha \cdot T) \quad (6)$$

$d_0$  : étant le diamètre initial des pièces à 0°C

comme la variation du diamètre est égale à :

$$\Delta d = d - d_0 \quad (7)$$

donc on a :

$$\Delta d = d_0 \cdot \alpha \cdot T \quad (8)$$

<b>T (°C)</b>	<b>100</b>	<b>300</b>	<b>500</b>	<b>800</b>	<b>1000</b>
<b><math>\alpha \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}</math></b>	<b>10.2</b>	<b>10.8</b>	<b>11.5</b>	<b>12.5</b>	<b>13</b>
<b><math>\Delta d_{Pe}</math> (mm)</b>	0.15	0.24	0.35	0.53	0.66
<b><math>\Delta d_{Pi}</math> (mm)</b>	0.07	0.123	0.17	0.26	0.33
<b><math>\Delta d_T</math> (mm)</b>	0.07	0.11	0.16	0.25	0.31

les résultats du calcul de dilatations thermique des différentes pièces sollicité à haute température, nous indique que la tige coulissante sera en sécurité dans le dispositif, ainsi que le porte échantillon dans l'enceinte du four.

### IV.3 - MONTAGE EXPERIMENTAL

Le principe de fonctionnement du dispositif expérimental entièrement assemblé est indiqué sur le schéma de la figure 22.

La mise sous vide de l'enceinte de soudage est assurée par un groupe de pompage comprenant une pompe primaire à double étage, et une pompe secondaire à diffusion d'huile. La mesure de la pression à l'intérieur de l'enceinte est réalisé par des jauges Pirani ( $10^{-3}$  à  $10^3$  mbar) et Penning ( $10^{-2}$  à  $10^{-7}$  mbar). Le niveau maximal du vide qu'il est possible d'atteindre se situe à environ  $10^{-7}$  mbar.

L'ensemble du dispositif de mise sous pression (vérin) et du porte échantillon (figure 23) qui sont assemblés par vis (figure 24) est amovible grâce à un système de levage (figure 19) afin de mettre les pièces dans le porte échantillon et facilite l'introduction de celui-ci dans l'enceinte du four (figure 25 et 26).

La pression extérieure de soudage est appliquée sur les pièces par l'intermédiaire d'une tige coulissante actionnée par un vérin pneumatique. Le vérin pneumatique est alimenté en air comprimé par un compresseur. La pression de soudage est mesurée à l'aide d'un manomètre fixé au niveau du compresseur.

Le maintien de la charge à une valeur constante tout au long du processus du soudage est obtenue par régulation de la pression d'alimentation en air comprimé du vérin. Compte tenu de la taille des pièces utilisées dans cette étude, ce dispositif permet d'exercer une pression de soudage comprise entre 0 et 85 MPa pour un diamètre qui est de 0,3 cm.

Le chauffage des pièces est assuré par un four ADAMEL LHOMARGY type TRC 50 de traitement thermique tubulaire disposé verticalement, sous vide ou sous atmosphère contrôlé. La température du four est régulée par un programmeur numérique ainsi qu'un régulateur numérique associé à un thermocouple Platine-10% Rhodium / Platine de type S situé à l'intérieur de l'enceinte de soudage, à proximité de l'interface des deux pièces à souder.

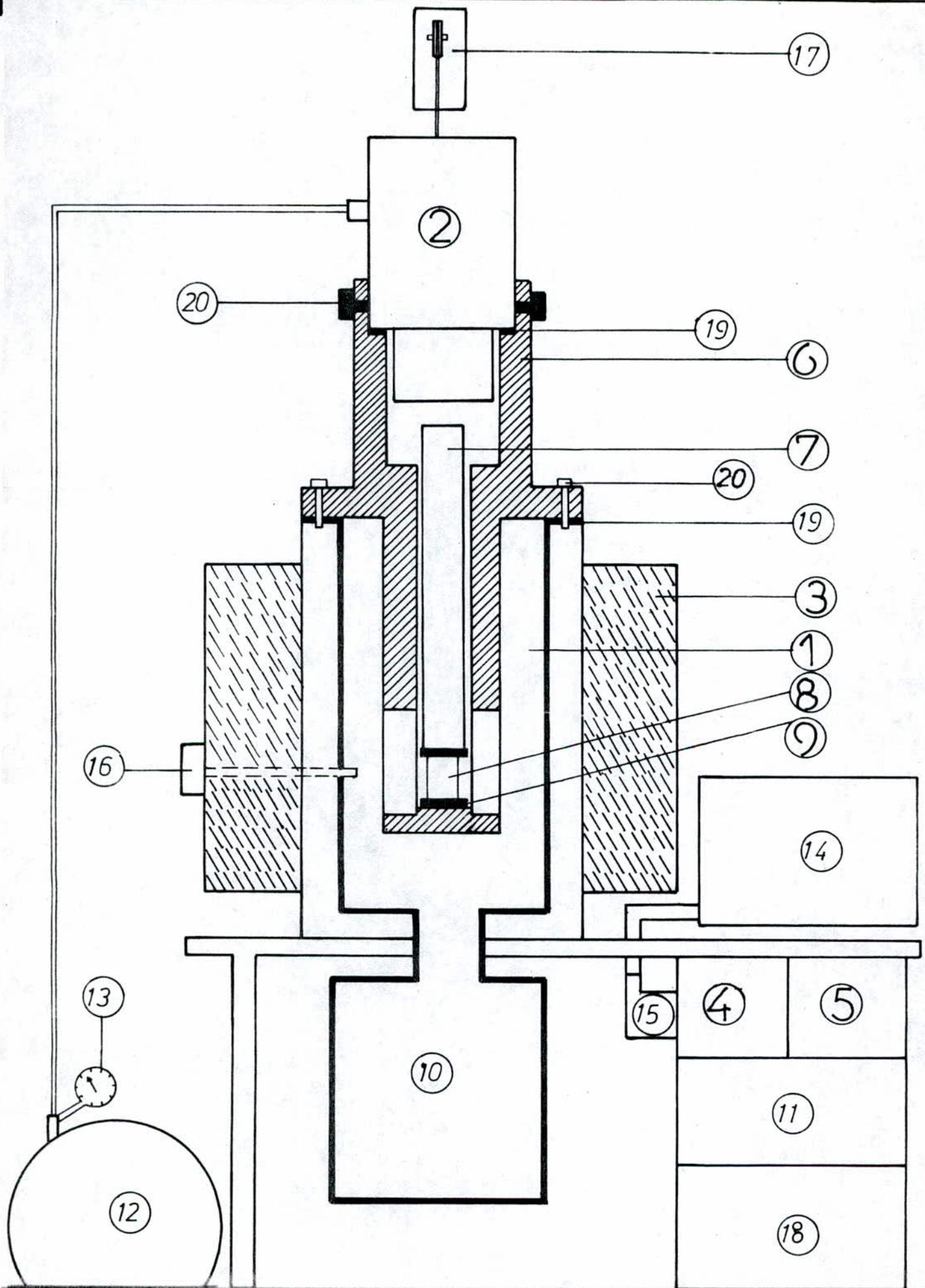


Fig.22 - Principe de fonctionnement du montage expérimental.

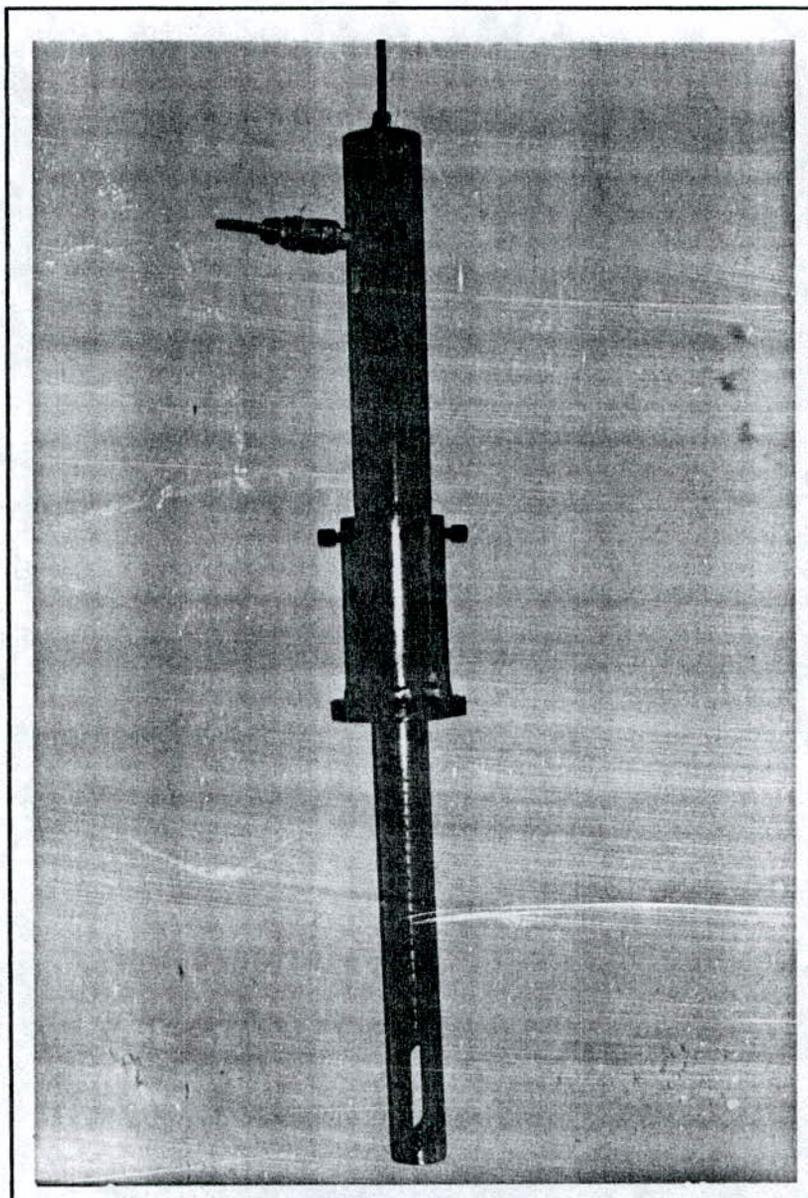


Fig.23 - Vue d'ensemble du montage entre le vérin et le porte échantillon.

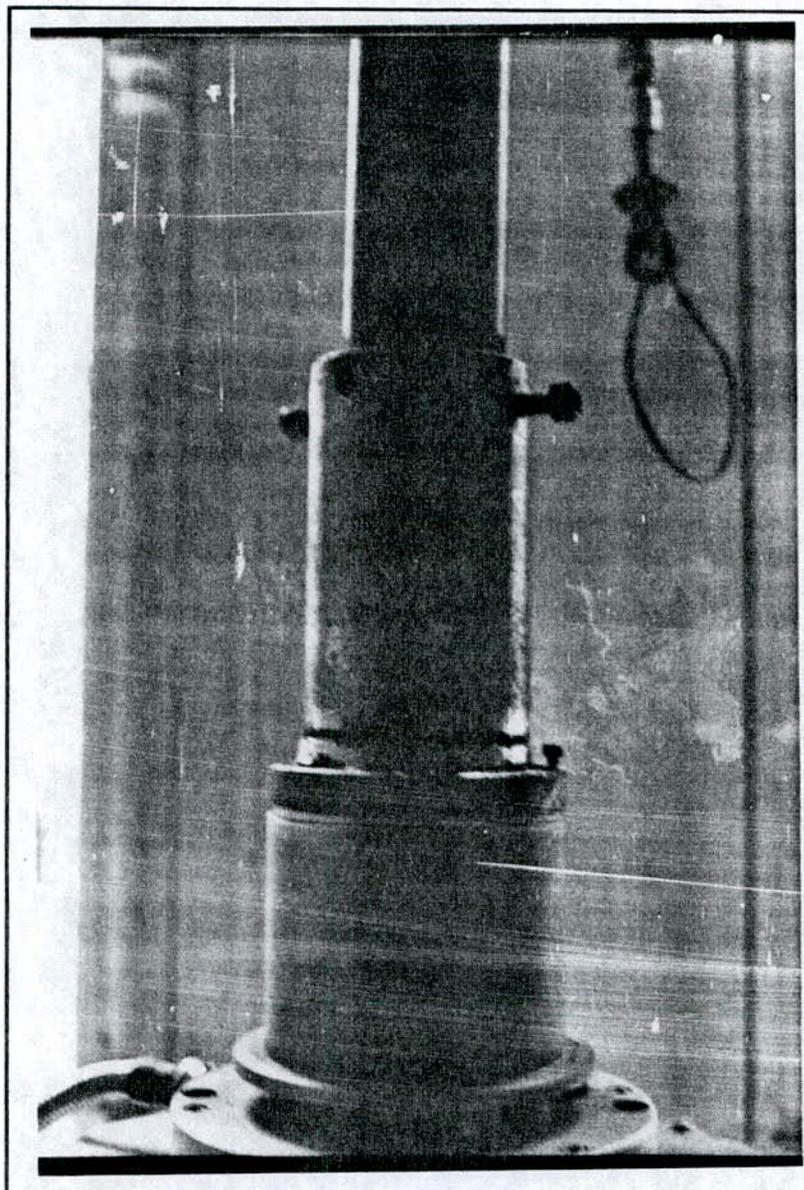
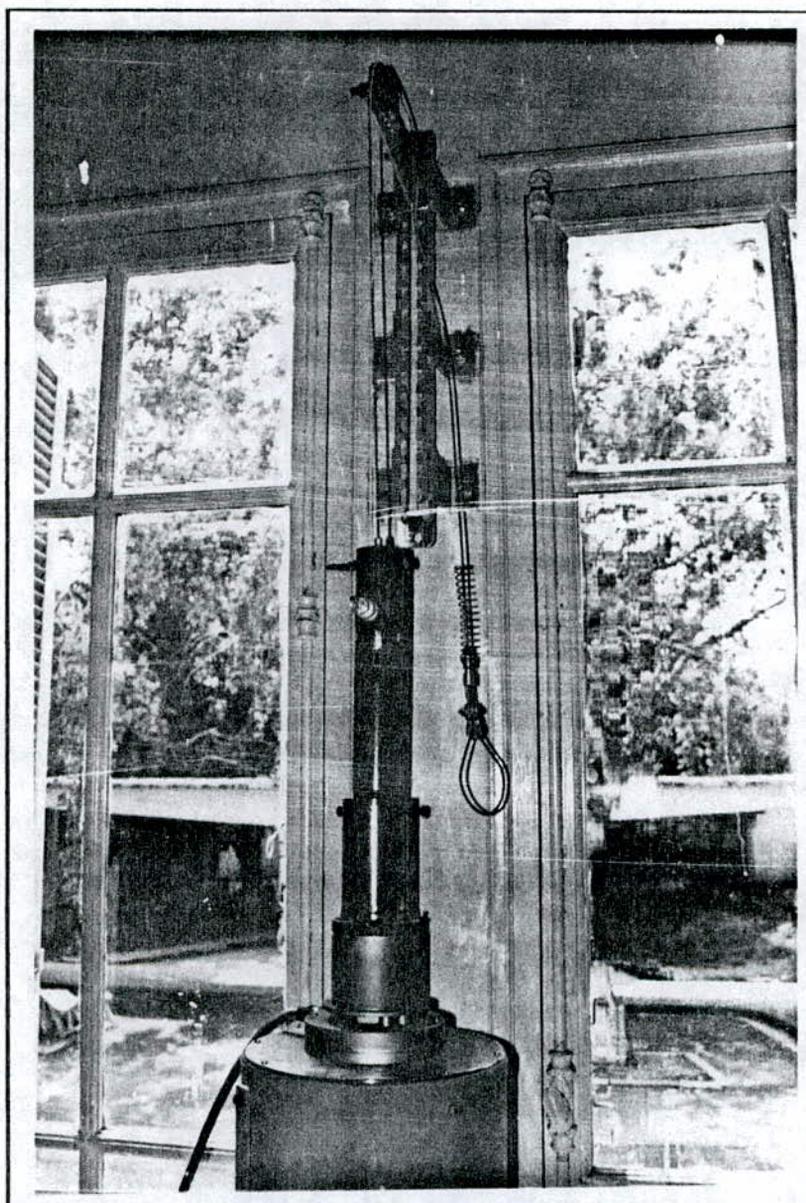


Fig.24 - Vue de la fixation du vérin au dispositif du porte échantillon ainsi que l'ensemble sur le four



**Fig.25** - Vue d'ensemble du montage entre le vérin, porte échantillon, levier et le four pendant l'introduction dans le four.

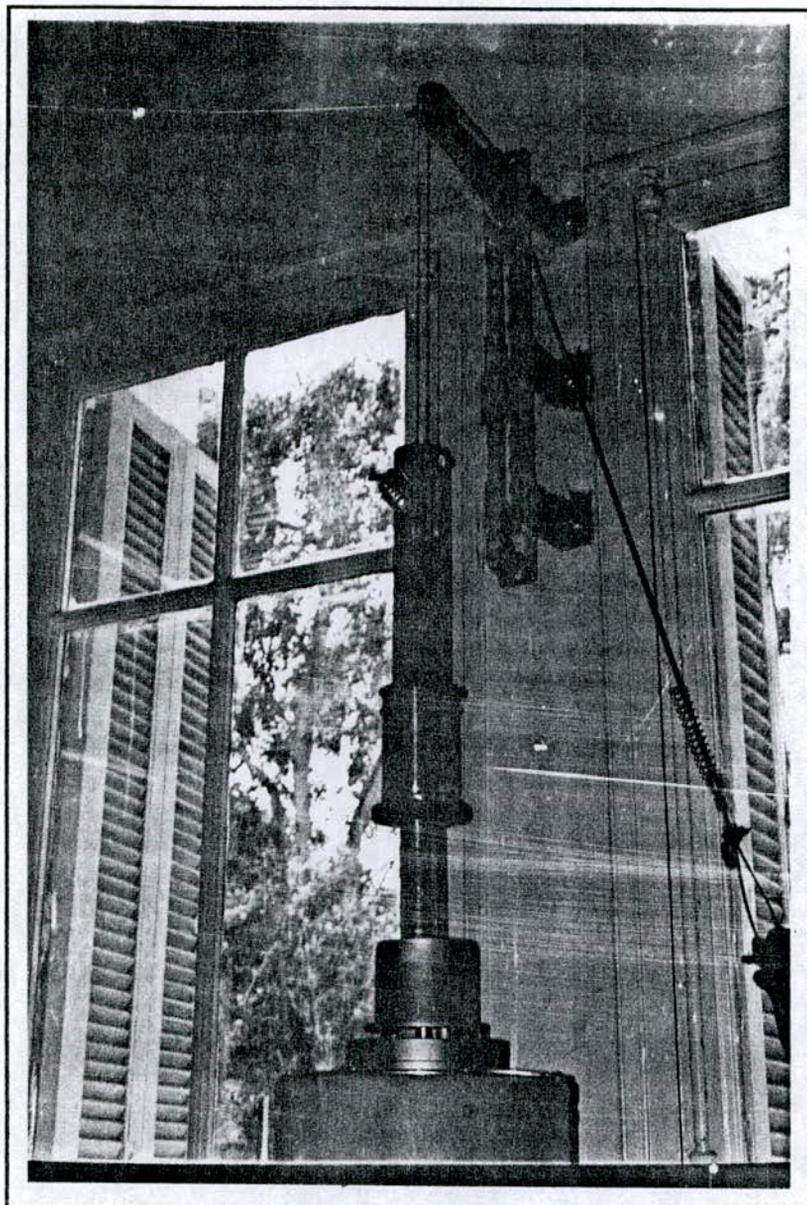


Fig.26 - Vue de l'ensemble du dispositif fixé au four

Chapitre V

METHODOLOGIE EXPERIMENTALE

*Chapitre V***METHODOLOGIE EXPERIMENTALE****V.1 - ECHANTILLONS ET PREPARATION DE SURFACE**

Il est bon de préciser la terminologie qui a été utilisée dans ce travail. Nous avons utilisé le terme échantillon pour désigner un ensemble de deux pièces soudées entre elle par diffusion. Le terme pièce a été employé exclusivement pour qualifier le matériaux de base massif. Suivant cette terminologie, un échantillon est obtenu par soudage de deux pièces.

Les pièces à souder dans ce dispositif peuvent être de section carrée, rectangulaire ou ronde, tel que le plus grand côté ou diamètre doit être inférieur au diamètre de la tige coulissante ( $d < 1,8$  cm) afin que la pression soit bien répartie sur les surfaces des pièces à souder.

Le diamètre des pièces utilisées dans ce dispositif est entre 0,3 et 1,6 cm, et la longueur entre 1 et 1,5 cm.

L'usinage des pièces permet non seulement le dimensionnement géométrique des pièces, mais il améliore également l'homogénéité du métal de base par l'élimination de la couche de surface. Au cours de cette opération, une attention toute particulière a été apportée à l'usinage des extrémités des pièces afin d'obtenir des surfaces présentant une bonne planéité et une bonne perpendicularité par rapport à l'axe des cylindres. Ces deux aspects géométriques des pièces conditionnent pour une large part l'obtention d'une pression de soudage uniforme sur toute la section du joint.

A partir de l'ensemble des pièces usinées dans une même barre, on a procédé à une vérification des diamètres de façon que l'écart entre les diamètres des deux pièces à souder n'excède pas 0.01 mm.

Après usinage des pièces, on procède au polissage des surfaces des pièces au papier émeri puis à la pâte diamant, selon le niveau de finition désiré :

- i) polissage au papier émeri de grade 240
- ii) polissage au papier émeri de grade 1200
- iii) polissage à la pâte diamant de  $1 \mu\text{m}$ .

Le polissage au papier émeri (préparation i et ii) est effectué manuellement de sorte que les stries de polissage présentes sur la surface des pièces soient parallèles entre elles. Les surfaces ainsi polies sont ensuite dégraissées et nettoyées à l'acétone dans une cuve à ultrasons, puis séchées à l'air chaud.

Les pièces les plus rugueuses (préparations i et ii) sont positionnées dans le montage expérimental de façon que les stries de polissage des deux surfaces en regard au niveau de l'interface soient orientées perpendiculairement fig(27).

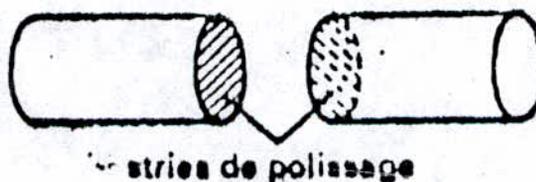


Fig.27 - Caractéristiques géométriques des pièces à souder (P est la pression de soudage).

## V.2 - CYCLE DE SOUDAGE

Les deux pièces sont positionnées à l'intérieur du montage expérimental immédiatement après l'opération de préparation des surfaces à souder. Un cycle typique de soudage est représenté sur la figure 28. Aucune pression extérieure n'est appliquée sur les pièces pendant toute la phase de montée en température. Lorsque la température de soudage est atteinte, la pression extérieure est appliquée sur les pièces et, est maintenue constante pendant tout le processus de soudage et pendant le refroidissement du couple soudé. La pression extérieure est ensuite supprimée dès que la température de refroidissement de l'échantillon soudé est atteint.

La montée en température des pièces et le refroidissement de l'échantillon après soudage se font relativement lentement. A titre d'illustration, la vitesse de chauffage du four utilisé dans notre étude est de l'ordre de  $400^{\circ}\text{C}/\text{h}$ .

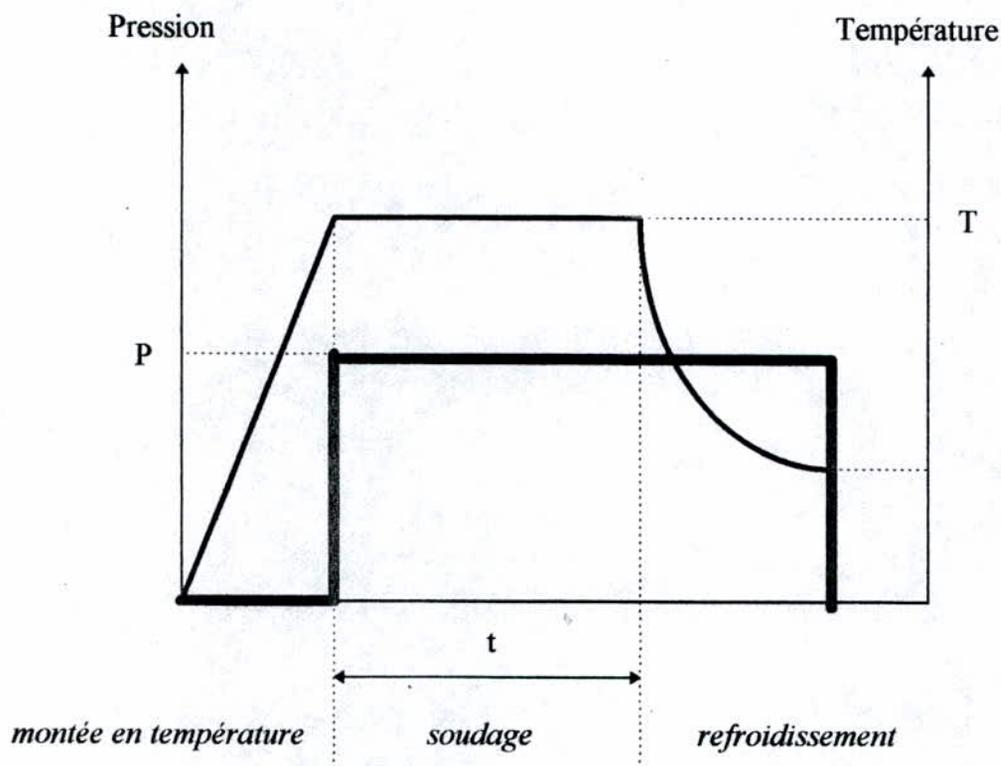


Fig.28 - représentation schématique du cycle de soudage  
(T,P et t sont respectivement la température, la pression et le temps de soudage)

### **V.3 - MODE D'EMPLOI**

Pour effectuer une opération de soudage par diffusion de deux pièces il faut tout d'abord s'assurer que les surfaces à souder ont été soigneusement préparées. L'opération de soudage débute par la mise en service du four, du refroidisseur ainsi que du compresseur à air, en s'assurant éventuellement de l'ouverture de leur vannes, ainsi que la présence d'eau dans le circuit du refroidisseur.

Après avoir mémorisé le cycle de traitement thermique à l'aide d'un programmateur, nous introduisons les pièces à souder dans le four par l'intermédiaire du porte échantillon.

Cette opération doit se faire délicatement afin d'éviter tout déplacement des pièces à souder. Celles-ci sont également isolé du reste du montage par deux pastilles en alumine de part et d'autre.

L'étanchéité du dispositif étant assurée par les joints toriques soigneusement logés dans la bride.

L'enceinte est mise sous vide, grâce aux pompes primaire, puis secondaire. Une fois le vide désiré atteint, le lancement du programme est mis en application.

La pression transmise par le compresseur est alors appliquée par l'intermédiaire de la tige coulissante sur les pièces à souder, suivant le cycle de soudage défini. Cette pression est généralement, calculée ou lue directement sur le tableau préalablement établi dans le paragraphe suivant.

L'opération de soudage s'achève par la suppression de la pression extérieure et le refroidissement de l'échantillon soudé.

#### V.4 - RELATIONS ENTRE LES PRESSIONS DU VERIN ET LE COMPRESSEUR

Le soudage par diffusion nécessite une connaissance des pressions appliquées sur les surfaces des pièces à souder. Ces pressions sont fournies et lues par un appareil que l'on nomme un dynamomètre, or le montage réalisé est dépourvue de cet élément, pour cela, les essais ont été réalisées par une lecture sur manomètre du compresseur à air.

Etant donné que le manomètre de pression d'air est un élément de base, ayant déterminé une formule qui relie la pression appliquée sur les pièces en fonction de la pression du compresseur et de différents diamètres des pièces à souder.

A partir de cette formule, les résultats des différentes pressions appliquées aux pièces sont données dans le tableau ci-dessous et dans le graphe fig(29).

Les forces appliquées sur l'ensemble du dispositif sont égales :

$$F_c = F_v = F_T = F_{ech} = F \quad (9)$$

La force au niveau du vérin est égale à :

$$F = \sigma_v \cdot S_v \quad (10)$$

La contrainte appliquée au niveau des pièces à souder est égale à :

$$\sigma_{ech} = F / S_{ech} \quad (11)$$

En remplaçant la relation (10) dans la relation (11) on obtient :

$\sigma_{ech} = \sigma_v \cdot ( S_v / S_{ech} ) \quad (12)$
--

où :

$S_v$  : section du vérin égale à  $7,54 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2$

$S_{ech}$  : section des pièces à souder

$\sigma_v$  : pression du vérin

$\sigma_c$  : pression du compresseur varie entre 0 et 8 bar

$\sigma_T$  : contrainte appliquée au niveau de la tige coulissante

$\sigma_{ech}$  : contrainte appliquée au niveau des pièces à souder

$\sigma_{ech}(d)$	$\sigma_c$ (bar)								
	0.5	1	2	3	4	5	6	7	8
$\sigma_{ech}(0.3)$	5.33	10.67	21.35	32.03	42.71	53.38	64.06	74.74	85.42
$\sigma_{ech}(0.4)$	3.00	6.00	12.01	18.02	24.02	30.03	36.04	42.04	48.05
$\sigma_{ech}(0.5)$	1.92	3.84	7.68	11.53	15.37	19.22	23.06	26.90	30.75
$\sigma_{ech}(0.6)$	1.33	2.67	5.33	8.00	10.68	13.35	16.02	18.68	21.35
$\sigma_{ech}(0.7)$	0.98	1.96	3.92	5.88	7.84	9.8	11.76	13.72	15.68
$\sigma_{ech}(0.8)$	0.75	1.50	3.00	4.50	6.00	7.50	9.00	10.51	12.01
$\sigma_{ech}(0.9)$	0.6	1.18	2.37	3.56	4.74	5.93	7.12	8.30	9.5
$\sigma_{ech}(1.0)$	0.48	0.96	1.92	2.88	3.84	4.80	5.76	6.72	7.68
$\sigma_{ech}(1.1)$	0.39	0.79	1.58	2.38	3.17	3.97	4.76	5.56	6.35
$\sigma_{ech}(1.2)$	0.33	0.66	1.33	2.00	2.67	3.33	4.00	4.67	5.33
$\sigma_{ech}(1.3)$	0.28	0.57	1.13	1.70	2.27	2.84	3.41	3.98	4.55
$\sigma_{ech}(1.4)$	0.24	0.49	0.98	1.47	1.96	2.45	2.94	3.43	3.92
$\sigma_{ech}(1.5)$	0.21	0.42	0.85	1.28	1.70	2.13	2.56	2.99	3.41
$\sigma_{ech}(1.6)$	0.18	0.37	0.75	1.12	1.50	1.87	2.25	2.62	3.00
$\sigma_{ech}(d)$ (MPa) , d (cm)									

**Tableau 3** - Contrainte appliquée au niveau des pièces en fonction de la pression du compresseur

d : diamètres des pièces à souder.

$\sigma_c$  : pression du compresseur.

$\sigma_{ech}(d)$  : la contrainte appliquée au niveau des pièces en fonction des diamètres des pièces à souder.

## **V.5 - PRECAUTIONS D'EMPLOI**

Les précautions d'emploi de ce montage n'admettent aucune négligence ou mauvaise manipulation afin de préserver le four, le compresseur, le refroidisseur, le vérin et le dispositif du porte échantillon de toute défaillance et de sécuriser le manipulateur de tout danger.

Pour cela , il faut respecter les consignes suivantes :

- ◇ ne jamais ouvrir les vannes si le four a été mis en chauffe (vannes fermées).
- ◇ ne jamais introduire des pièces froides dans l'enceinte du four chaud.
- ◇ ne pas oublier de placer les joints d'étanchéité.
- ◇ introduire et extraire le porte échantillon avec précaution dans l'enceinte du four.
- ◇ le refroidisseur devra être toujours plein d'eau.
- ◇ respecter les caractéristiques du four, compresseur et le refroidisseur selon les consignes du constructeur.

*Troisième partie*

**REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

## **CONCLUSION GENERALE**

L'objectif de cette étude consistait à concevoir et réaliser des éléments à ajouter à un four de trempe pour pouvoir exécuter des opérations de soudage par diffusion .

Dans l'ensemble, les résultats obtenus permettent de passer à l'étape suivante, qui est l'application de ce procédé à divers matériaux, pour jauger la fiabilité du dispositif réalisé.

Quelques problèmes restant néanmoins à résoudre tels que le refroidissement des parties qui chauffent et la régulation de la contrainte appliquée.

Cette conception va permettre de réaliser des études ultérieures au niveau du laboratoire de métallurgie de l'école nationale polytechnique.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] A.B. KINZEL, Solid-phase welding. *Welding Journal*, Vol.23, p.1124-1144, (1944).
- [2] M.J. ALBOM, Solid state bonding. *Welding journal*, n°6, p.491-504, (1964).
- [3] W.A. OWCZARSKI, D.F. PAULONIS, Application of diffusion bonding in the USA. *Welding Journal*, n°2, p.22-23, (1981).
- [4] R. GUENOT, A. BOUSQUET, J. RACINET, Caractéristiques et possibilités d'application du soudage par diffusion à l'état solide. *Soudage et Techniques Connexes*, Vol. 3, n°4, p. 97-104, (1969).
- [5] E.R. WALLACH, Solide-state joining : techniques and applications. *Metall. Mater. Technol.*, Vol.16, n°2, p.71-76, (1984).
- [6] M. HOURCADE, Le soudage-diffusion à l'état solide ( $\theta \leq 950^{\circ}\text{C}$ ), *Soudage et Technique Connexes*, n°5-6, p.48-58, (1989).
- [7] W.D. LUDEMAN A fundamental study of the pressure welding of dissimilar metals through oxide layer, Livermore, CA, p.44, (1969).
- [8] W.H. KING, W.A. OWCZARSKI Diffusion welding of commercial pure titanium. *Welding Journal*, n°7, 289-298, (1967).
- [9] M.M. SCHWARTZ Diffusion welding. *Sikorsky Aircraft. Welding Technology for the Aerospace Industry*, Las VEGAS, p.1-40, (1981).
- [10] W.H. KING, W.A. OWCZARSKI, Additional studies on the diffusion welding of titanium. *Welding Journal*, n°10, p.444-450, (1968).
- [11] G. DURST, A new developpement in metal. *J.Metals*, Vol.8, p.328-333, (1956).
- [12] D.R. MILNER, G.W. ROWE Fundamentals of solid-phase welding, *Metal Rev*, Vol 28, n°7, p.433-450, (1962).
- [13] P.M. BARTLE, Introduction to diffusion bonding, *Metal Construction and British Journal*, n°5, p.241-244, (1969).
- [14] G.G. LESSMAN, W.A. BRYANT, Complex rotor fabrication, *Welding Journal*, Vol.51, p. 606-614, (1972).
- [15] G.C. KUCZYNSKI ,Theory of the solid state sintering, Interscience Publishers, p.11-30, (1961).
- [16] H. KELLERER, L.H. MILACEK, Determiation of optimum diffusion welding temperatures for Ti-6Al-4V, *Welding Research Supplement*, Vol.49, n°5, p.219-224, (1970).
- [17] P.M. BARTLE, The implications of reducing diffusion bonding temperatures, *Advances in Welding Processes International Conference*, Cambridge : Weld Inst, p. 389-399, (1978).
- [18] Y. BIENVENU, M. JEANDIN, T. MASSART, Métallurgie du soudage par diffusion, *Ann. Chim.Fr*, Vol.12, p. 77-86, (1987).
- [19] B.BLANCHET, J.J BOULANGER, F.BOULANGER, Y. LE PENVEN, Le Soudage par diffusion, *Soudage et techniques Connexes*, n°3-4, p.93-110, (1975).
- [20] J. PHILIBERT, diffusion et transport de matière dans les solides, Les éditions de Phisique, France, p.444-453, (1985).

- [21] G.W. CUNNINGHAM, J.W. SPRETNAK, Grain growth and subgrain structure in pressure bonded copper, Metallurgical Society, Vol.224, p. 549-556, (1962).
- [22] P.M. BARTLE, Basic features of diffusion bonding, Welding Inst, p.1-5, (1979).
- [23] D. HAUSER, P.A. KAMMER, J.M. DEDRICK, Solid state welding of aluminium, Weld Journal, Vol.46, p. 11-22, (1967).
- [24] P.A. KAMMER, R.E. MONROE, D.C. MARTIN, Further studies of diffusion bonding below 1000°F, Welding Research Supplement, n°3, p. 116-124, (1969).
- [25] G.V. ALM, Guide to diffusion bonding, Material Engineering, n°9, p.24-29, (1969).
- [26] P.M. BARTELE, C.R.G. ELLIS, Diffusion bonding and friction welding, Met. Constr. Brit. Weld, Vol.1, p 88-95, (1969).
- [27] C.H. HAMILTON, Pressure requirements for diffusion bonding titanium, Vol1, p.625-648, (1973).
- [28] K.H. MISKA, Diffusion welding joins similar and dissimilar metals, Material Engineering, n°12, p.18-20, (1976).
- [29] S.I. TANIOKA, S. SETO, Study for practical use on diffusion bonding of titanium and its alloys, Meeting of International Insti. of Welding, p.1-17, (1980).
- [30] T. OMAE, Y. FUKAYA, S. INOUE, A. KATO, T. OKITA, Development and practical application of diffusion welding technology, Mitsubichi Heavy Ind, Technical Review, p. 1-8, (1983).
- [31] R.F. TYLECOTE, The solid phase welding, Edward Arnold Publishers Ltd.(1968).
- [32] W. KARLINSKI, The mechanism of diffusion bonding of metals, Welding Research International, Vol.9, p.25-43, (1979).
- [33] J.L. HAM, Mecanism of surface removal from metals in space, Aerospace Engineering, n°5, p.20-21&49-52, (1961).
- [34] J.M. PARK, Recrystallization welding, Welding Journal, n°5, p. 209-215, (1953).
- [35] K. TRAI, S. MATSUDA, H. NAGAI, N. YAMADA, Diffusion welding of copper to nickel. n°5, p. 14-17, (1974).
- [36] O. OHASHI, T. HASHIMOTO, Effect of surface roughness on diffusion welded joints. Vol.24, n°4, p 20-24, (1982).
- [37] S. ELLIOTT, I.A. BUCKLOW, E.R. WALLACH, An examination of diffusion bonded interfaces in a mild steel, Mater Science, Vol.15, p. 2823-2833, (1980).
- [38] E.R. WALLACH, Solid-state diffusion bonding of metals, Vol.17, p.135-148, (1988).
- [39] O.R. ZABOROVSKII, V.T. BOBROV, The problem of ultrasonic inspection of vacuum diffusion welded joints, Vol.16, n°8, p.99-100, (1969).