



HAL
open science

Étude des phénomènes de fatigue sur les alliages d'aluminium brasés de faibles épaisseurs pour les échangeurs thermiques automobiles

Josselin Paturaud

► **To cite this version:**

Josselin Paturaud. Étude des phénomènes de fatigue sur les alliages d'aluminium brasés de faibles épaisseurs pour les échangeurs thermiques automobiles. Matériaux. Université de Lyon, 2017. Français. NNT: . tel-01625876

HAL Id: tel-01625876

<https://hal.science/tel-01625876>

Submitted on 29 Oct 2017

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

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



N°d'ordre NNT : 2017LYSEI011

THESE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE LYON
opérée au sein de
L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon

Ecole Doctorale N°ED 34
Matériaux de Lyon

Spécialité/ discipline de doctorat :
Matériaux

Soutenue publiquement le 09/02/2017, par :
Josselin Paturaud

**Étude des phénomènes de fatigue sur
les alliages d'aluminium brasés de
faibles épaisseurs pour les échangeurs
thermiques automobiles**

Devant le jury composé de :

Aubin, Véronique	Professeur	Ecole Centrale de Paris	Rapporteur
Buffiere, Jean-Yves	Professeur	MATEIS, Insa Lyon	Directeur de thèse
Charkaluk, Eric	DR CNRS	Ecole Polytechnique	Examineur
Danielou, Armelle	Docteur	Constellium	Invité
Fabregue, Damien	Professeur	MATEIS, Insa Lyon	Directeur de thèse
Palin-Luc, Thierry	Professeur	I2M, Art et Métier ParisTech,	Rapporteur
Villemiane, Anne-Gaëlle	Docteur	Valeo	Examineur

Département FEDORA – INSA Lyon - Ecoles Doctorales – Quinquennal 2016-2020

SIGLE	ECOLE DOCTORALE	NOM ET COORDONNEES DU RESPONSABLE
CHIMIE	CHIMIE DE LYON http://www.edchimie-lyon.fr Sec : Renée EL MELHEM Bat Blaise Pascal 3 ^e etage secretariat@edchimie-lyon.fr Insa : R. GOURDON	M. Stéphane DANIELE Institut de Recherches sur la Catalyse et l'Environnement de Lyon IRCELYON-UMR 5256 Equipe CDFA 2 avenue Albert Einstein 69626 Villeurbanne cedex directeur@edchimie-lyon.fr
E.E.A.	ELECTRONIQUE, ELECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE http://edeea.ec-lyon.fr Sec : M.C. HAVGOUDOUKIAN Ecole-Doctorale.eea@ec-lyon.fr	M. Gérard SCORLETTI Ecole Centrale de Lyon 36 avenue Guy de Collongue 69134 ECULLY Tél : 04.72.18 60.97 Fax : 04 78 43 37 17 Gerard.scorletti@ec-lyon.fr
E2M2	EVOLUTION, ECOSYSTEME, MICROBIOLOGIE, MODELISATION http://e2m2.universite-lyon.fr Sec : Sylvie ROBERJOT Bât Atrium - UCB Lyon 1 04.72.44.83.62 Insa : H. CHARLES secretariat.e2m2@univ-lyon1.fr	M. Fabrice CORDEY CNRS UMR 5276 Lab. de géologie de Lyon Université Claude Bernard Lyon 1 Bât Géode 2 rue Raphaël Dubois 69622 VILLEURBANNE Cédex Tél : 06.07.53.89.13 cordey@univ-lyon1.fr
EDISS	INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES-SANTE http://www.ediss-lyon.fr Sec : Sylvie ROBERJOT Bât Atrium - UCB Lyon 1 04.72.44.83.62 Insa : M. LAGARDE secretariat.ediss@univ-lyon1.fr	Mme Emmanuelle CANET-SOULAS INSERM U1060, CarMeN lab, Univ. Lyon 1 Bâtiment IMBL 11 avenue Jean Capelle INSA de Lyon 696621 Villeurbanne Tél : 04.72.68.49.09 Fax :04 72 68 49 16 Emmanuelle.canet@univ-lyon1.fr
INFOMATHS	INFORMATIQUE ET MATHEMATIQUES http://infomaths.univ-lyon1.fr Sec :Renée EL MELHEM Bat Blaise Pascal 3 ^e etage infomaths@univ-lyon1.fr	Mme Sylvie CALABRETTO LIRIS – INSA de Lyon Bat Blaise Pascal 7 avenue Jean Capelle 69622 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72. 43. 80. 46 Fax 04 72 43 16 87 Sylvie.calabretto@insa-lyon.fr
Matériaux	MATERIAUX DE LYON http://ed34.universite-lyon.fr Sec : M. LABOUNE PM : 71.70 –Fax : 87.12 Bat. Direction Ed.materiaux@insa-lyon.fr	M. Jean-Yves BUFFIERE INSA de Lyon MATEIS Bâtiment Saint Exupéry 7 avenue Jean Capelle 69621 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72.43 71.70 Fax 04 72 43 85 28 jean-yves.buffiere@insa-lyon.fr
MEGA	MECANIQUE,ENERGETIQUE,GENIE CIVIL, ACOUSTIQUE http://mega.universite-lyon.fr Sec : M. LABOUNE PM : 71.70 –Fax : 87.12 Bat. Direction mega@insa-lyon.fr	M. Philippe BOISSE INSA de Lyon Laboratoire LAMCOS Bâtiment Jacquard 25 bis avenue Jean Capelle 69621 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72 .43.71.70 Fax : 04 72 43 72 37 Philippe.boisse@insa-lyon.fr
ScSo	ScSo* http://recherche.univ-lyon2.fr/scso/ Sec : Viviane POLSINELLI Brigitte DUBOIS Insa : J.Y. TOUSSAINT Tél : 04 78 69 72 76 viviane.polsinelli@univ-lyon2.fr	M. Christian MONTES Université Lyon 2 86 rue Pasteur 69365 LYON Cedex 07 Christian.montes@univ-lyon2.fr

*ScSo : Histoire, Géographie, Aménagement, Urbanisme, Archéologie, Science politique, Sociologie, Anthropologie

Résumé

La plupart des échangeurs thermiques automobiles sont fabriqués à partir de tôles d'aluminium brasées dont l'épaisseur a été constamment réduite au cours des dernières années à cause de contraintes économiques et environnementales. Dans le même temps, les contraintes subies par les échangeurs thermiques ont également augmenté ce qui a accru le risque de défaillance par fatigue mécanique, en particulier au niveau des tubes.

Dans cette étude, une caractérisation détaillée des mécanismes d'endommagement cyclique à l'œuvre dans les radiateurs de refroidissements automobiles a été effectuée dans le but d'améliorer leur fiabilité.

La matière standard utilisée pour la fabrication des échangeurs, utilisée comme référence dans ce travail, consiste en une plaque très fine ($<0,27\text{mm}$ d'épaisseur) composée de trois alliages d'aluminium co-laminés (4045/3916/4045). Afin d'évaluer l'effet de la structure de ce « sandwich » sur les mécanismes d'endommagement, des matières composées d'une unique couche (3916) ainsi que de 4 couches (4045/3003/3916/4045) ont également été produites. Toutes ces matières, ont été brasées dans le but d'obtenir un état de surface et des propriétés mécaniques représentatives d'un échangeur thermique de série.

Des essais de fatigue à amplitude de contrainte constante ont été réalisés à température ambiante, -30°C et 120°C pour i) caractériser l'effet de la structure du sandwich sur la résistance cyclique des différentes matières étudiées et ii) l'effet de la température sur les mécanismes d'endommagement en fatigue.

Les phases d'amorçage et de propagation des fissures ont pu être étudiées par la mise en place de techniques de suivi 2D et 3D. Ces techniques, couplées à une caractérisation précise de la microstructure des matières, ont permis de clarifier les mécanismes d'endommagement conduisant à la rupture par fatigue de ces fines plaques et, notamment, de pointer le rôle clé du placage résiduel (issu de la fusion du 4045) sur les mécanismes d'endommagement.

Table des matières

Liste des écoles doctorales	i
Résumé	iii
Table des matières	v
Table des figures	ix
Liste des tableaux	xxv
Introduction	1
1 État de l'art	3
1.1 Les échangeurs thermiques et leurs modes de défaillance	4
1.1.1 Les différents échangeurs	4
1.1.2 Le circuit de refroidissement	5
1.1.3 Structure et principe de fonctionnement d'un radiateur de refroidissement	6
1.1.4 Les différents modes de défaillance des échangeurs	8
1.2 Microstructure des alliages d'aluminium	12
1.2.1 Principe et objectif du brasage	12
1.2.2 Le brasage Nocolok®	16
1.2.3 Microstructure des alliages d'aluminium avant brasage	19
1.2.4 Microstructure des alliages d'aluminium après brasage	21
1.3 Endommagement en fatigue	29
1.3.1 Généralités sur l'endommagement en fatigue	29
1.3.2 Propriétés mécaniques du joint de brasage	33
1.3.3 Influence de la microstructure du tube sur les propriétés mécaniques . . .	35
1.3.4 Tenue en fatigue et mécanismes d'endommagement	38
1.4 Bilan	46
2 Matériaux et Techniques expérimentales	47
2.1 Matériaux	48
2.1.1 Structure et composition des matières étudiées	48
2.1.2 Procédé de fabrication	49
2.1.3 Brasage et préparation des éprouvettes	49
2.2 Essais mécaniques	50
2.2.1 Essais de traction	50

2.2.2	Essais de fatigue	51
2.2.3	Nanoindentation	53
2.3	Techniques de caractérisations	54
2.3.1	Préparation et attaques chimiques avant microscopie optique	54
2.3.2	Microscopie électronique	54
2.3.3	Tomographie aux rayons X	57
2.3.4	Laminographie aux rayons X de laboratoire	60
2.4	Techniques de suivi des mécanismes d'endommagement	61
2.4.1	Méthode de suivi optique	61
2.4.2	Méthode de suivi par rayonnement synchrotron	63
2.4.3	Laminographie	65
2.5	Bilan	67
3	Mécanismes d'endommagement de la matière Std à température ambiante	69
3.1	Caractérisation de la microstructure à l'état initial	70
3.1.1	État de surface et microstructure générale des éprouvettes brasées	70
3.1.2	Répartition et structure du placage résiduel	72
3.1.3	Diffusion et analyse chimique	75
3.1.4	Comportement mécanique du placage résiduel	82
3.1.5	Bilan sur la microstructure post-brasage de la matière Std	82
3.2	Caractérisation mécanique	85
3.2.1	Propriétés mécaniques statiques	85
3.2.2	Comportement en fatigue	86
3.2.3	Influence du polissage sur la tenue en fatigue	87
3.3	Mécanismes d'endommagement à température ambiante	91
3.3.1	Amorçage et propagation avec suivi optique des fissures	91
3.3.2	Étude des faciès de rupture	99
3.3.3	Morphologie et microstructure des fissures	102
3.3.4	Caractérisation 3D - Essais de fatigue in-situ	107
3.4	Synthèse sur les mécanismes d'endommagement	114
4	Influence de la structure des sandwichs et de la température sur les mécanismes d'endommagement en fatigue	117
4.1	Influence du placage résiduel : Comparaison avec la matière non plaquée "UC"	119
4.1.1	Caractérisation de la microstructure à l'état initial	119
4.1.2	Propriétés mécaniques et comparaison avec la matière Std	121
4.1.3	Mécanismes d'endommagement	125
4.1.4	Synthèse	135
4.2	Ajout d'un intercouche : cas de la matière "MC"	138
4.2.1	Caractérisation de la microstructure à l'état initial	140
4.2.2	Propriétés mécaniques et comparaison avec la matière Std	145
4.2.3	Mécanisme d'endommagement	148
4.2.4	Synthèse	153
4.3	Influence de la température sur les mécanismes d'endommagement	156
4.3.1	Caractérisation des propriétés mécaniques en fonction de la température	158
4.3.2	Mécanismes d'endommagement à 120°C et -30°C	160

4.3.3 Synthèse	164
4.4 Bilan	165
5 Discussion des résultats	167
5.1 Influence du brasage sur l'état de surface des éprouvettes : formation des GPR .	168
5.1.1 Influence du brasage sur la tenue en fatigue	168
5.1.2 Influence du cycle de brasage sur la microstructure	170
5.2 Scénario d'endommagement	174
5.2.1 Aspect des courbes de fatigue	174
5.2.2 Amorçage	176
5.2.3 Propagation	180
Conclusion	181
A Complément chapitre 3	185
B Brasage d'éprouvettes sans flux	193
C Influence de la session de brasage sur le comportement en fatigue	197
D Courbes Force-déplacement	199
Références bibliographiques	201
Folio	211

Table des figures

1.1	Vue schématique éclatée des différents échangeurs thermiques pouvant se retrouver sur un véhicule automobile [VAL 16]	4
1.2	Vue schématique des organes composant un circuit de refroidissement moteur. La boucle de climatisation est également représenté [BUT 12].	6
1.3	Structure d'un radiateur de refroidissement - a) photo montrant en radiateur, b) agrandissement représentation schématique	7
1.4	Schéma de principe de refroidissement d'un échangeur thermique [BUT 12]	7
1.5	Diagramme de Pourbaix E-pH de l'aluminium dans l'eau à 25°C [POU 63]	8
1.6	Schéma représentant la dilatation d'un radiateur de refroidissement lors d'un choc thermique. La localisation des contraintes se produit aux pied des tubes d'extrémités (cercles vert sur la figure)	10
1.7	Courbe de Wöhler représentant les différents domaines d'endurance. Les domaines d'endurance des différentes sortes de chargements sont également représentés [VIL 12a]	11
1.8	Vues macroscopique et en coupe montrant une rupture par fatigue d'un tube de radiateur au niveau de la liaison tube / collecteur	12
1.9	Schéma montrant l'intervalle de température permettant le brasage	13
1.10	Représentation schématique du procédé de co-laminage des matériaux multicouches utilisés dans les échangeurs thermiques [BUT 12]	15
1.11	Micrographies optiques après attaque Keller montrant la formation d'un joint de brasage entre un tube et intercalaire a) avant brasage et b) après brasage	18
1.12	Micrographie optique après attaque au réactif de Keller des placages 4045 et 3916 avant brasage montrant les différentes phases en présence [BUT 12]	19
1.13	Micrographies optiques après oxydation anodique et attaque au réactif de Keller d'un alliage d'âme 3916 plaqué sur les deux faces avec un alliage AA4045, a) et c) avant brasage et b) et d) après brasage. [BUT 12]	20
1.14	Tôle après brasage constituée d'un alliage d'âme 3003 modifié (enrichi en cuivre) plaqué sur les deux faces avec un alliage AA4343. a) Micrographies optiques après attaque au réactif de Keller. La BDP apparaît en marron et le placage résiduel en blanc. b) Micrographie obtenue au MET dans la zone de la BDP montrant les dispersoïdes [TIE 06]	22
1.15	Micrographie optique après une attaque au réactif de Keller montrant un joint de brasage (alliage 4045) entre un tube et un collecteur [BUT 12]	23

1.16	Micrographies optiques de la couche de placage résiduel. a) Surface du placage résiduel montrant la structure hétérogène du placage resolidifié [TIE 06]. b) Vue en coupe après attaque Keller, le placage résiduel apparaît en blanc, les vallées correspondent aux joints de grains	24
1.17	GPR présente à la surface d'un tube - a) Micrographie MEB (BSE) de la zone d'étude - Cartographies EPMA des éléments b) Al, c) Si, d) Fe, e) Mn et f) Cu. [BUT 12]	25
1.18	Micrographies optiques montrant a) la matière avant brasage - b) la matière après brasage, dans le cas d'une faible interaction entre le placage et l'âme - c) la matière après brasage, dans le cas d'une très forte interaction entre le placage et l'âme [WIT 09]	28
1.19	Schéma montrant les différents processus se déroulant lors de la migration d'un film liquide [WIT 09]	29
1.20	Courbe de Wöhler et définition des divers domaines d'endurance [BAT 08]	30
1.21	a) Amorçage de microfissures dû à des glissements alternés et à la formation d'intrusions et d'extrusions à la surface libre (vue en coupe); b) formation d'une fissure principale à partir de microfissures; c) aspects des intrusions et extrusions et des fissures de stade I à la surface d'une éprouvette de fatigue de cuivre [BAT 08]	32
1.22	Schéma du déplacement des lèvres de la fissure pour les 3 modes de fissuration - a) mode I - b) mode II et c) mode III [SUR 98]	33
1.23	Représentation schématique de la vitesse de propagation d'une fissure da/dN en fonction du facteur d'intensité de contrainte ΔK . Région A = faible vitesse de fissuration (seuil), région B = régime intermédiaire (relation de Paris), région C = forte vitesse de fissuration K_C [BAT 08]	34
1.24	Effet de la microstructure sur les courbes de fatigue Wöhler pour les joints de brasage présentant une taille de particules fine, moyenne et grande [EDO 12] . .	35
1.25	Courbe de fatigue SN de l'alliage AA1050 obtenue avec des éprouvettes de 4mm d'épaisseur et des tailles de grains différentes. D_S représente la taille de grains à la surface de l'éprouvette. La ligne verticale marque la limite d'endurance fixée à 10^6 cycles [LOR 15]	36
1.26	Graphiques représentant a) l'évolution en taille et en nombre des dispersoïdes en fonction de la température [LI 03a] et b) les courbes de traction d'échantillons après recuit et après homogénéisation [LI 12]	37
1.27	Effet du manganèse sur la tenue en fatigue d'un alliage 7XXX [KIM 98]	38
1.28	Graphique donnant les propriétés mécaniques et de tenue en fatigue de différents alliages d'aluminiums [BOY 85]	39
1.29	Essais de fatigue réalisés sur un alliage AA3005 avant et après brasage [KIM 12]	40
1.30	Courbes de fatigue en déformation totale imposée en fonction du nombre de cycles à une fréquence de 0.5Hz, avec un signal triangulaire et un rapport de déformation supérieur à 0 montrant a) l'influence du placage AA4104 7% sur un alliage AA3005LL de 2.5mm d'épaisseur et b) l'influence de la température pour un alliage AA3005LL plaqué deux faces avec un alliage AA4343 à 7% (épaisseur total 3.2mm) [YAO 99]	41
1.31	Courbes de fatigue à différentes températures à amplitude de contrainte constante pour un alliage AA3003 plaqué sur les deux faces avec du AA4343 (10%) après brasage (épaisseur 0.4mm, R=0.1, f=30Hz et signal sinusoïdal) [KAH 14]	42

1.32	Microscopie optique après rupture de la matière CM1 au niveau d'une GPR a) attaque au réactif de Keller et b) après oxydation anodique. Microscopie optique de la matière CM0 après rupture c) attaque au réactif de Keller et d) après oxydation anodique [BUT 12]	44
1.33	a) Schéma d'un faciès de rupture représentant les trois phases de la propagation identifiées. b) Graphique issu des données de corrélation d'images numériques traçant la déformation en fonction de la durée de vie normalisée (par le nombre de cycle à rupture) de la matière CM0 (4045/3916/4045) après brasage, testé à température ambiante à amplitude de contrainte constante, à une fréquence de 10Hz (signal sinusoïdal) et avec un rapport de charge R=0.1. La propagation de la fissure intervient dans les derniers instants de la durée de vie [BUT 12]	45
2.1	Vue schématique des matières étudiées - a) Std, b) MC et c) UC	49
2.2	Représentation schématique des étapes nécessaires à la préparation des éprouvettes de fatigue et de traction	50
2.3	Cycle thermique de brasage, représentatif du brasage des échangeurs thermiques, appliqués à la matière Std, MC et UC	51
2.4	Géométrie des éprouvettes pour les essais de traction (échelle en mm)	51
2.5	a) Géométrie des éprouvettes pour les essais de fatigue (échelle en mm) - b) Dispositif expérimental pour les essais de fatigue à température ambiante c) Dispositif expérimental comportant l'enceinte climatique pour les essais à -30°C et +120°C	52
2.6	Représentation du chargement progressif en début d'essai de fatigue	53
2.7	Schéma représentant le principe du polissage ionique dans le cas a) d'un polissage en coupe et b) d'un polissage dans un plan parallèle à la surface	57
2.8	Représentation schématique du principe de la tomographie en rayons X [FER 15]	58
2.9	Comparaison des deux méthodes classiques de tomographie : a) par faisceau parallèle dans le cas d'un synchrotron où le grandissement est réalisé par un système optique, b) par un faisceau conique pour la tomographie de laboratoire où le grandissement est défini par la distance source objet. Dans les deux cas, le grandissement obtenu est $\gamma = \frac{L_2}{L_1}$ [LAC 14]	59
2.10	Exemple de préparation d'échantillon pour la tomographie de laboratoire a) photo optique de l'échantillon découpé et b) coupe reconstruite réalisée selon les pointillés jaunes	60
2.11	Vue schématique du montage expérimental utilisé en laminographie de laboratoire	61
2.12	Photos prises après le premier cycle (145MPa) d'une éprouvette de fatigue polie. La zone encadrée en rouge correspond à la zone analysée pendant l'essai de suivi de fissuration	63
2.13	Schéma des éprouvettes utilisées pour le suivi <i>in-situ</i> des mécanismes d'endommagement à l'ESRF a) éprouvette présentant une largeur minimale de 1.0mm au niveau de la zone utile, utilisée pour la matière UC et b) éprouvette présentant une largeur minimale de 0.7mm au niveau de la zone utile, utilisée pour la matière Std	65
2.14	Photos de la machine de fatigue piézoélectrique utilisée pour les essais <i>in-situ</i> . a) Vue générale de la machine, b) agrandissement montrant la fixation de l'éprouvette	66
2.15	Photo du montage expérimental utilisé pour la laminographie	67

3.1	Micrographies optiques donnant l'état de surface de la matière Std avant brasage a) vue générale b) agrandissement - et après brasage c) vue générale et d) agrandissement	70
3.2	Micrographies optiques de la matière Std vue en coupe, perpendiculairement au sens de laminage, avant brasage a) attaque au réactif de Keller et c) oxydation anodique - et après brasage b) attaque au réactif de Keller et d) oxydation anodique	71
3.3	Cartographie EBSD de la matière Std brasée, a) carte IPF-X réalisée parallèlement à la surface de l'échantillon et b) carte IPF-Z réalisée suivant l'épaisseur perpendiculairement au sens de laminage	72
3.4	Comparaison entre a) une micrographie optique après attaque au réactif de Keller montrant la dissolution de l'âme par le placage résiduel, b) une carte EBSD IPF-Z de la même région, le placage résiduel n'y est pas visible. Le cadre rouge correspond à la zone étudiée figure 3.5	73
3.5	a) micrographie optique après attaque au réactif de Keller, le placage résiduel ne présente aucun dispersoïde et b) micrographie MEB de la même région, des analyses EDX ont été réalisées en trois zones distinctes : sur un précipité (zone 1), dans le placage résiduel (zone 2) et dans une zone non dissoute de l'âme (zone 3)	74
3.6	Micrographie optique après attaque au réactif de Keller donnant les épaisseurs de l'âme et du placage a) avant brasage et b) après brasage	75
3.7	a) Micrographie optique après attaque au réactif de Keller montrant la localisation du placage résiduel vue en coupe suivant l'épaisseur, b) micrographie optique parallèle à la surface au niveau d'un plan localisé au niveau des pointillés jaunes et c) micrographie MEB-BSE parallèle à la surface permettant également de localiser le placage résiduel (en sombre)	76
3.8	Superposition d'une micrographie optique après attaque au réactif de Keller (a) et d'une carte EBSD IPF-X (pas : $2.5 \mu\text{m}$) (b) montrant la présence du placage résiduel au niveau des joints de grains (c). Les flèches indiquent les zones où le placage n'est situé que d'un seul côté du joint de grains	77
3.9	Cartographies EPMA réalisées dans l'épaisseur de la matière Std. a) Micrographie MEB de la zone analysée, b) cartographie du cuivre, c) cartographie du manganèse, d) cartographie du silicium, e) cartographie du fer et f) profil réalisé suivant la flèche BLANCHE donnant le pourcentage massique (%m) en fonction de la distance dans l'épaisseur	79
3.10	Cartographies EPMA réalisées parallèlement à la surface. a) Micrographie optique de la zone analysée, b) cartographie du cuivre, c) cartographie du manganèse, d) cartographie du silicium, e) cartographie du fer, f) carte EBSD sur laquelle a été superposée, en blanc, le placage résiduel et donnant la location du profil effectué (flèche noire) et g) profil donnant le pourcentage massique (%m) en fonction de la distance, les zones en gris correspondent au placage résiduel, ont été ajoutées sur ce profil la micrographie optique et la carte EBSD de la zone analysée	81
3.11	a) Micrographie optique montrant les zones d'indentation dans l'âme et le placage résiduel et b) graphique donnant la dureté en GPa de l'âme et du placage résiduel, les barres d'erreur correspondent à l'écart type entre les mesures	83

3.12	Schéma donnant l'évolution de la microstructure au cours du brasage - a) matière Std avant brasage, b) recristallisation de l'âme à une température inférieure à 500°C, c) à une température supérieure à 600°C fusion du 4045, diffusion des élément Cu et Si, d) Le métal d'apport, liquide, diffuse au niveau des JdG entraînant la dissolution de l'âme et e) croissance des grains par épitaxie à l'interface liquide/solide lors du refroidissement	84
3.13	Courbe de traction conventionnelle de la matière Std avant et après brasage à température ambiante, vitesse de déformation : $\dot{\Sigma} = 2.5 \times 10^{-3} s^{-1}$	85
3.14	Courbes de fatigue de la matière Std avant et après brasage à température ambiante. Les points avec les flèches représentent les éprouvettes non rompues. a) Courbe de fatigue standard donnant la contrainte de fatigue maximale appliquée en fonction du nombre de cycles à rupture et b) Courbe de fatigue normalisée donnant le ratio de la contrainte de fatigue maximale sur la limite à rupture de chaque matière en fonction du nombre de cycles à rupture. (R=0.1, $\Delta\sigma = cte$, température ambiante et f=10Hz)	88
3.15	Courbes de fatigue comparant le comportement de l'alliage Std après brasage à température ambiante à un alliage laminé de la série 5XXX à l'état O (épaisseur 2mm). a) Courbe de fatigue donnée en fonction de la contrainte maximale et b) Courbe de fatigue normalisée par la limite à rupture. (R=0.1, $\Delta\sigma = cte$, température ambiante et f=10Hz)	89
3.16	Micrographies obtenues au MEB de la tranche d'une éprouvette avant et après essai de fatigue. Après essai, des bandes de glissement persistantes sont visibles (flèches jaunes). Le faciès, très tourmenté, est le résultat de la découpe par électro-érosion	89
3.17	Comparaison des courbes de fatigue de la matière Std brasée à température ambiante sans et avec polissage. Les points entourés en noir correspondent aux essais ayant fait l'objet d'un suivi par microscopie optique. (R=0.1, $\Delta\sigma = cte$, température ambiante et f=10Hz)	90
3.18	Micrographies optiques de la tranche polie de l'éprouvette de fatigue Std-P-00 au cours d'un essai de fatigue. La même zone a été observée a) à l'état initial, b) après le premier cycle, c) après 50 000 cycles, d) après 75 000 cycles, e) après 80 813 cycles, et f) après 82 200 cycles	92
3.19	Micrographie optique montrant la localisation de la fissure sur la face de l'éprouvette Std-P-00 après 80 813 cycles. La rugosité initiale de la surface de l'éprouvette à laquelle s'ajoute celle induite par le niveau important de plasticité rendent difficile l'observation de la surface en microscopie optique	93
3.20	Micrographies optiques montrant la même zone de la surface de l'éprouvette Std-P-02 à température ambiante a) à l'état initial et b) après le premier cycle de fatigue ($\sigma_{max}/R_m = 0.88$). Les cercles bleus indiquent la présence de vallées et les rouges indiquent la formation de fissures et les flèches rouges la présence d'un joint triple. Le chargement s'effectue selon l'axe y	94
3.21	Micrographies optiques montrant les deux fissures Std-P-05-f1 et Std-P-05-f2 à la surface de l'éprouvette après le premier cycle. Celles-ci sont positionnées à une distance du bord d'environ 1/4 de la largeur	94

3.22	Micrographies optiques et représentation schématique de la fissure Std-P-05-f2 sur l'une des faces de l'éprouvette Std-P-05 au cours d'un essai de fatigue à température ambiante. Un joint de grain rompu montrant une forte ouverture (en vert sur les représentations schématiques) est observé après un cycle de chargement. La propagation, après un temps d'incubation (entre environ 44% et 58% de la durée de vie), d'une fissure depuis ce joint rompu est indiquée en rouge sur les vues schématiques. Le chargement s'effectue suivant l'axe y	96
3.23	Micrographies optiques et représentation schématique de la fissure Std-P-05-f1 sur l'une des faces de l'éprouvette Std-P-05 au cours d'un essai de fatigue à température ambiante. Un joint de grain rompu montrant une forte ouverture (en vert sur les représentations schématiques) est observée après un cycle de chargement. La propagation, après un temps d'incubation (entre environ 58% et 64% de la durée de vie), d'une fissure depuis ce joint rompu est indiquée en rouge sur les vues schématiques. Le chargement s'effectue suivant l'axe y	97
3.24	Graphique donnant la proportion entre le nombre de cycles de propagation N_p et le nombre de cycles final N_f (en %) de chacune des fissures ayant été suivie en microscopie optique. Les barres d'erreurs correspondent au dernier cycle observé sans propagation, et au premier cycle où la propagation a été détectée, le point central étant la moyenne de ces deux valeurs	98
3.25	Fractographies réalisées au MEB montrant le faciès de rupture de l'éprouvette Std-NP-01. a) vue générale du faciès, b) zone d'amorçage de la fissure, la zone lisse correspond aux décohésions intergranulaires visibles, par exemple, sur la figure 3.21, c) propagation stable par fatigue dans l'épaisseur de l'éprouvette, d) propagation stable par fatigue dans la largeur, e) zone mixte présentant à la fois des cupules et des stries de fatigues et f) zone de rupture brutale ductile présentant une forte striction. Les flèches jaunes indiquent la direction de propagation . . .	100
3.26	Fractographies réalisées au MEB montrant le faciès de rupture de l'éprouvette Std-P-06. Les agrandissements des différents sites d'amorçage et de propagation sont présentés dans les carrés rouges, bleus et verts. Les zones lisses correspondent aux zones d'amorçage intergranulaire	101
3.27	Analyse EDX des particules/précipités au sein des facettes correspondant aux régions d'amorce intergranulaire. La zone entourée en rouge correspond à l'analyse d'un précipité tandis que la zone bleue correspond à l'analyse d'une zone sans précipité	102
3.28	Coupes tomographiques montrant la morphologie de la fissure 1 de l'éprouvette Std-P-05 après 170 000 cycles (taille de voxel $0.7 \mu\text{m}$) - a) coupe parallèle à la surface de l'échantillon selon le plan XY, b) coupe perpendiculaire à la surface selon le plan YZ, c) visualisation de la fissure projetée selon le plan XZ via la fonction Z-project-MIN et d) vue schématique donnant l'orientation de l'éprouvette	103

3.29	a) Micrographie optique de la fissure 1 de l'échantillon Std-P-05, les pointillés rouges indiquent la localisation de la coupe effectuée en b, c et d), b) carte EBSD IPF-Y (pas : 0.7 μm) montrant la propagation de la fissure, c) micrographie optique après attaque au réactif de Keller, la base de la fissure se trouve dans une zone où le placage résiduel a diffusé, d) carte de désorientation (kernel 3x3) montrant que la fissure a amorcé entre un grain faiblement déformé et un fortement déformé et e) figure de pôle inverse montrant que le grain vert est peu déformé alors que le grain bleu a subi une rotation	105
3.30	a) Micrographie MEB montrant, vue de surface, la fissure 2 de l'échantillon Std-P-03, b) carte EBSD IPF-Z (pas : 1 μm) donnant l'orientation cristalline de la même région, c) carte EBSD IPF-Y (pas : 0.5 μm) vue en coupe selon les pointillés donnés en a et b. L'amorçage intergranulaire y est clairement visible et d) carte de désorientation (kernel 3x3) montrant que la fissure a amorcé entre un grain faiblement déformé et un fortement déformé	106
3.31	Visualisation de la surface d'un volume 3D de l'une des faces de l'éprouvette de fatigue ESRF-Std-NP-1 - a) à l'état initial sous 4N et 0 cycle, b) après avoir atteint la contrainte maximale de l'essai (130MPa, soit 25N) et 0 cycles, c) après 80 000 cycles et d) après 125 000 cycles. Le chargement s'effectue selon l'axe y. Taille de voxel 0.7 μm	108
3.32	Visualisation 3D montrant la propagation des fissures vue de face et selon un plan perpendiculaire à l'axe de chargement y de l'éprouvette ESRF-Std-NP-01 après- a) 0 cycle à 4N, b) 0 cycle à 25N, c) 50 000 cycles à 25N, d) 65 000 cycles à 25N, e) 80 000 cycles à 25N, f) 95 000 cycles à 25N, g) 110 000 cycles à 25N et h) 125 000 cycles à 25N. Taille de voxel 0.7 μm	110
3.33	Visualisation 3D des fissures et coupes reconstruites une dizaine de microns sous la surface de l'éprouvette ESRF-Std-NP-01 a) à l'état initial (4N-0 cycle) et b) après 65 000 cycles à 25N. Les joints de grains cassés se trouvent au niveau des interfaces placage résiduel / âme (entourées en pointillés jaune). Taille de voxel 0.7 μm	111
3.34	Coupes reconstruites après différents nombres de cycles sous chacune des deux faces de l'éprouvette ESRF-Std-NP-02. Les ruptures se produisent au niveau des interfaces placage résiduel / âme. Taille de voxel 0.7 μm	112
3.35	Coupes reconstruites dans le plan YZ de l'éprouvette ESRF-Std-NP-01 après - a) 0 cycle à 4N, b) 0 cycle à 25N c) 50 000 cycles à 25N, d) 80 000 cycles à 25 N et e) 110 000 cycles à 25N, montrant la bifurcation de la rupture initiale suivant l'axe de sollicitation puis l'amorçage de fissures à partir de ces défauts (entourés en rouge). Taille de voxel 0.7 μm	113
3.36	Coupes reconstruites dans le plan XZ de l'éprouvette ESRF-Std-NP-01 après - a) 0 cycle à 4N, b) 0 cycle à 25N, c) 50 000 cycles à 25N, d) 80 000 cycles à 25 N et e) 110 000 cycles à 25N, montrant la dé-cohésion d'un grain puis l'amorçage et la propagation d'une fissure. Taille de voxel 0.7 μm	114

3.37	Schéma représentant les mécanismes d'endommagement observés à température ambiante sur la matière Std après brasage - a) microstructure à l'état initial après brasage, le placage résiduel a diffusé au niveau des joints de grains, b) lors du premier cycle, rupture des joints de grains à l'interface entre l'âme et le placage résiduel, la fissure est alors déviée par la seconde couche de grain parallèlement à l'axe de sollicitation, c) après environ 50% de la durée de vie en fatigue, une fissure amorce et commence à se propager de façon transgranulaire et d) la propagation continue durant les 50 derniers pourcents de la durée de vie de façon transgranulaire avec de légères déviations au niveau des joints de grains	115
4.1	Micrographies optiques donnant l'état de surface des grandes faces de la matière UC avant brasage a) vue générale b) agrandissement - et après brasage c) vue générale et d) agrandissement	119
4.2	Micrographies optiques de la matière UC vue en coupe, perpendiculairement au sens de laminage, avant brasage a) attaque au réactif de Keller et c) oxydation anodique - et après brasage b) attaque au réactif de Keller et d) oxydation anodique	120
4.3	Cartographies EPMA réalisées dans l'épaisseur de la matière UC. a) Micrographie MEB de la zone analysée, b) cartographie du cuivre, c) cartographie du manganèse, d) cartographie du silicium et e) cartographie du fer	122
4.4	Courbes de traction conventionnelles de la matière UC (en orange) et de la matière Std (en vert) après brasage	123
4.5	Courbes de fatigue à température ambiante donnant la contrainte maximale (en MPa) en fonction du nombre de cycles à rupture pour les matières : UC-non-polies (en orange), UC-polies (en marron) et Std-non-polies (en vert). Les points avec les flèches représentent les éprouvettes non rompues ($R=0.1$, $\Delta\sigma = cte$, température ambiante et $f=10\text{Hz}$)	124
4.6	Micrographies optiques comparant l'état de surface d'une même zone avant et après le premier cycle de fatigue pour les matières UC et Std à température ambiante a) éprouvette UC-P-01 à l'état initial, b) éprouvette UC-P-01 après le premier cycle de fatigue ($\Sigma_R = 0.99$), c) éprouvette Std-P-02 à l'état initial et d) éprouvette Std-P-02 après le premier cycle de fatigue ($\Sigma_R = 0.88$). Le chargement est effectué selon l'axe y. Dans les 2 cas la surface est polie avant essai	126
4.7	Micrographies optiques montrant le type de défaut observé sur les faces des éprouvettes polies de la matière UC après le premier cycle (micrographies optique issues de l'éprouvette UC-P-01). Le chargement est effectué selon l'axe y	127
4.8	Micrographies optiques et représentations schématiques de l'une des faces de l'éprouvette UC-P-02 au cours d'un essai de fatigue à température ambiante. Une amorce (en vert sur la représentation schématique) est observée après un cycle de chargement. La propagation, après un temps d'incubation (estimé entre environ 36 et 71% de la durée de vie à partir des observations faites sur cette face), d'une fissure depuis cette amorce est indiquée en rouge sur les vues schématiques. Le chargement s'effectue suivant l'axe y	128

4.9	Micrographies optiques et représentations schématiques de l'une des tranches de l'éprouvette UC-P-02 au cours d'un essai de fatigue à température ambiante. Une amorce (en vert sur la représentation schématique) est observée après un cycle de chargement. La propagation, après un temps d'incubation (estimé entre environ 36 et 46% de la durée de vie à partir des observations faites sur ce bord), d'une fissure depuis cette amorce est indiquée en rouge sur les vues schématiques. Le chargement s'effectue suivant l'axe y	129
4.10	Fractographies montrant le faciès de rupture de l'éprouvette UC-P-02. a) Vue générale du faciès, b) zone d'amorçage de la fissure, c) propagation stable de la fissure dans l'épaisseur de l'éprouvette et d) propagation stable dans la largeur et rupture brutale ductile sans transition par une zone mixte. Les flèches jaunes indiquent la direction de propagation	130
4.11	Fractographies montrant le faciès de rupture de l'éprouvette UC-NP-1. a) Vue générale du faciès, b) zone d'amorçage de la fissure, c) propagation stable de la fissure dans la largeur de l'éprouvette et d) zone mixte présentant à la fois des cupules et des stries de fatigue situées en amont de la zone de rupture brutale ductile. Les flèches jaunes indiquent la direction de propagation	131
4.12	Coupes tomographiques donnant la morphologie de l'une des fissures secondaires de l'éprouvette UC-P-01 après 1 206 000 cycles (taille de voxel $1\mu\text{m}$) - a) coupe parallèle à la surface de l'échantillon selon le plan XY, b) coupe perpendiculaire à la surface selon le plan YZ et c) visualisation de la fissure projetée selon le plan XZ via la fonction Z-project-MIN du logiciel ImageJ	132
4.13	a) Carte EBSD IPF-Z (pas $0.5\mu\text{m}$) réalisée parallèlement à la surface et montrant les deux fissures secondaires de l'éprouvette UC-P-01, b) agrandissement de la carte EBSD IPF-Z centré sur l'une des fissures, c) carte de désorientation (kernel 9×9) montrant que la fissure se situe entre une zone fortement déformée et une zone plus faiblement déformée et d) figures de pôles inverses montrant que le grain vert (101) n'est que peu déformé alors que le grain orangé (001) l'est davantage et a subi une rotation	133
4.14	Graphique donnant la distribution de désorientation prise aléatoirement entre deux grains adjacents (en gris) et la désorientation entre les grains des matières Std et UC ayant rompu lors du premier cycle (en vert). Les grains présentant une forte désorientation sont plus susceptibles de conduire à une rupture lors du chargement. Analyse réalisée sur 200 grains	134
4.15	Visualisation 3D montrant la propagation d'une fissure (en rouge) vue de face et dans un plan perpendiculaire à l'axe de chargement de l'éprouvette après - a) 0 cycle à 10N, b) 0 cycle à 45N, c) 210 000 cycles à 45N, d) 240 000 cycles à 45N, e) 255 000 cycles à 45N et f) 275 000 cycles à 45N. Taille de voxel $0.7\mu\text{m}$	136
4.16	Coupes reconstruites montrant le défaut responsable de l'amorçage ainsi que la propagation de la fissure - a) coupe à l'état initial (10N, 0 cycle) suivant le plan XY parallèle à la surface, le défaut est entouré en jaune, b) coupe dans le plan YZ à l'état initial (10N, 0 cycle), la coupe a été réalisée suivant les pointillés rouges et c) coupes dans le plan YZ montrant la propagation de la fissure à partir du défaut au cours de l'essai	137

4.17	Schéma donnant le mécanisme d'endommagement observé sur la matière UC à température ambiante- a) microstructure à l'état initial, b) lors du premier cycle : rupture de quelques joints de grains, la fissure est déviée par la seconde couche de grain, c) après environ 50% de la durée de vie en fatigue, une fissure amorce à partir du défaut initial et commence à se propager probablement de façon transgranulaire et d) la propagation continue durant les 50 derniers % de la durée de vie de façon transgranulaire	139
4.18	Micrographies optiques donnant l'état de surface de la matière MC avant brasage a) vue générale b) agrandissement - et après brasage c) vue générale et d) agrandissement	140
4.19	Micrographie optique de la matière MC vue en coupe, perpendiculairement au sens de laminage, avant brasage a) attaque au réactif de Keller et c) oxydation anodique - et après brasage b) attaque au réactif de Keller et d) oxydation anodique. A noter que sur chacune de ces micrographies, la couche de 3003 est située dans la partie inférieure	141
4.20	Cartographie EBSD et micrographie optique de la matière MC, a) carte IPF-X réalisée parallèlement à la surface de l'échantillon, b) carte IPF-Z réalisée suivant l'épaisseur perpendiculairement au sens de laminage, c) micrographie optique après attaque au réactif de Keller de la même région et d) superposition du placage résiduel sur la carte IPF-Z montrant la dissolution de l'âme par le placage résiduel au niveau d'un joint de grain	142
4.21	Cartographies EPMA réalisées dans l'épaisseur de la matière MC, <i>l'intercouche en 3003 se situe en haut de l'échantillon</i> . a) Micrographie MEB de la zone analysée, b) cartographie du cuivre, c) cartographie du manganèse d) cartographie du silicium et e) cartographie du fer	144
4.22	Évolution schématique de la microstructure au cours du brasage - a) matière MC avant brasage, la couche rouge symbolise l'intercouche en 3003, b) recristallisation conjointe de l'âme et de l'intercouche à une température inférieure à 500°C, c) à une température supérieure à 600°C fusion du 4045, diffusion des élément Cu et Si (moins importante côté intercouche), d) Le métal d'apport, liquide, diffuse au niveau des JdG entraînant la dissolution de l'âme et de l'intercouche et e) croissance des grains par épitaxie à l'interface liquide/solide lors du refroidissement	146
4.23	Courbes de traction conventionnelles de la matière MC (en violet) et de la matière Std (en vert) après brasage testées à température ambiante	147
4.24	Courbes de fatigue comparant le comportement des matières MC, Std et UC après brasage à température ambiante. Les points avec les flèches représentent les éprouvettes non rompues. a) Courbe de fatigue standard donnant la contrainte de fatigue maximale appliquée en fonction du nombre de cycles à rupture et b) Courbe de fatigue normalisée donnant le ratio de la contrainte de fatigue maximale sur la limite à rupture de chaque matière en fonction du nombre de cycles à rupture. (R=0.1, $\Delta\sigma = cte$, température ambiante et f=10Hz)	149

4.25	Micrographies optiques de l'éprouvette MC-NP-03 montrant a) une rupture intergranulaire située sur l'une des faces de l'éprouvette similaire à celles observées sur la matière Std, b) une fissure secondaire s'étant propagée depuis la face inférieure de l'éprouvette (vue en coupe perpendiculairement à l'axe de sollicitation), c) une seconde fissure secondaire ayant amorcé sur la face supérieure de l'éprouvette (vue en coupe perpendiculairement à l'axe de sollicitation) et d) un agrandissement de cette seconde fissure montrant sa forme en virgule similaire à celle observée sur la matière Std	150
4.26	Fractographies de l'éprouvette MC-NP-01. a) Vue générale du faciès, b) zone d'amorçage de la fissure, la zone lisse correspond aux décohésions intergranulaires visibles, par exemple figure 4.25, c) propagation stable par fatigue dans l'épaisseur de l'éprouvette et d) zone mixte présentant à la fois des cupules et des stries de fatigue, la zone de rupture ductile brutale est également visible. Les flèches jaunes indiquent la direction de propagation	151
4.27	Fractographie montrant a) le faciès de rupture de l'éprouvette MC-NP-03 ayant amorcé de façon intergranulaire du côté de l'intercouche et b) le faciès de rupture de l'éprouvette MC-NP-04 ayant amorcé de façon intergranulaire du côté opposé à l'intercouche	152
4.28	Micrographies optiques montrant la même zone de la surface de l'éprouvette MC-P-02 à température ambiante a) à l'état initial et b) après le premier cycle de fatigue ($\sigma_{max}/R_m = 0.95$). Les flèches bleues indiquent la présence de vallées et les flèches rouges la formation de fissures au niveau des joints de grain. Le chargement s'effectue selon l'axe y	153
4.29	Observation de la propagation d'une fissure à partir d'un défaut sur l'une des faces de l'éprouvette MC-P-02 au cours d'un essai de fatigue à température ambiante. Micrographies optiques montrant a) état initial de la surface de l'échantillon et b) après le premier cycle. Des vues schématiques sont données en vis à vis des micrographie optiques après c) 150 000 cycles et d) 200 000 cycles où la propagation à partir de ce défaut, après un temps d'incubation (entre 43% et 58% de la durée de vie), de la fissure est indiquée en rouge sur la vue schématique. La propagation de la fissure est ensuite observée par microscopie optique (en haut) et laminographie (en bas, taille de voxel $1.45\mu\text{m}$) après e) 320 000 cycles, f) 340 000 cycles, g) 343 000 cycles et h) 344 000 cycles. Le chargement s'effectue suivant l'axe y	154
4.30	a) Micrographie optique montrant la fissure issue de l'éprouvette MC-P-01, le trait rouge indique la localisation de la coupe effectuée en c, b) carte EBSD IPX-Z (pas $2\mu\text{m}$) montrant que la fissure a amorcé de façon intergranulaire et s'est propagée de façon transgranulaire et c) micrographie optique montrant que la fissure a amorcée dans une zone présentant une forte pénétration de placage résiduel . . .	155

- 4.31 Schéma représentant les mécanismes d'endommagement observés à température ambiante sur la matière MC après brasage - a) microstructure à l'état initial après brasage, le placage résiduel a diffusé au niveau des joints de grains et l'intercouche (en rouge) a recristallisé avec l'âme et le placage résiduel, b) lors du premier cycle, rupture des joints de grains à l'interface entre l'âme et le placage résiduel aussi bien du côté de l'intercouche que de l'autre, la fissure est alors déviée par la seconde couche de grain parallèlement à l'axe de sollicitation, c) après environ 50% de la durée de vie en fatigue, une fissure amorce et commence à se propager de façon transgranulaire indépendamment du côté où se trouve l'intercouche et d) la propagation continue durant les 50 derniers pourcents de la durée de vie de façon transgranulaire avec de légères déviations au niveau des joints de grains . . . 157
- 4.32 Comparaison entre les courbes de traction de la matière MC et Std à a) -30°C et b) 120°C et comparaison des courbes de tractions en fonction de la température de la matière MC (c) et de la matière Std (d) 159
- 4.33 Comparaison des courbes de fatigue en fonction de la température pour les matières Std et MC. a) Courbe de fatigue standard donnant la contrainte de fatigue maximale appliquée en fonction du nombre de cycles à rupture a) pour la matière Std et b) pour la matière MC. Courbes de fatigue normalisées donnant le ratio de la contrainte de fatigue maximale sur la limite à rupture (R_m) à la température de l'essai de chaque matière (Σ_R) en fonction du nombre de cycles à rupture pour les matières c) Std, d) MC et e) Std + MC. ($R=0.1$, $\Delta\sigma = cte$, $f=10\text{Hz}$) 161
- 4.34 État de surface et coupes réalisées après essai sur l'éprouvette 120-Std-01 a) micrographie optique de la surface, b) coupe tomographique correspondant à la micrographie reconstruite juste sous la surface montrant de nombreuses ruptures probablement intergranulaires et c) coupe tomographique reconstruite suivant le plan indiqué en rouge montrant que les ruptures présentent une forme caractéristique en "virgule". Le chargement s'effectue suivant l'axe y 162
- 4.35 Fractographies montrant le faciès de rupture de l'éprouvette 120-Std-02 a) vue général du faciès, b) zone d'amorçage de la fissure, la zone lisse correspond à la rupture intergranulaire, la zone striée correspond à la propagation stable par fatigue dans l'épaisseur de l'éprouvette, c) propagation stable par fatigue dans la largeur de l'éprouvette, d) zone mixte présentant à la fois des cupules et des stries de fatigue, e) zone de rupture brutale ductile présentant des cupules et une forte striction, f) faciès de rupture de l'éprouvette 120-Std-03 présentant également une zone d'amorçage intergranulaire et g) zone d'amorçage intergranulaire de l'éprouvette 120-Std-04. Les flèches jaunes indiquent les directions de propagation 163
- 4.36 Fractographies montrant le faciès de rupture de l'éprouvette -30° -Std-01 a) vue générale et b) agrandissement de la zone d'amorce montrant la propagation de la fissure dans la largeur de l'éprouvette à partir d'une amorce intergranulaire . . . 164

4.37	Observation des mécanismes d'endommagement de la matière MC à 120°C, a) micrographie optique de l'état de surface de l'éprouvette 120-MC-03 montrant une décohésion intergranulaire, b) micrographie optique réalisée en coupe dans l'épaisseur suivant l'axe de chargement de l'éprouvette 120-MC-02 montrant que les décohésions intergranulaires ont une forme caractéristique en "virgule" et que la propagation se fait à partir de cette amorce et c) faciès de rupture de l'éprouvette 120-MC-01 montrant la zone d'amorce caractérisée par une zone lisse et facetée témoignant de l'amorçage intergranulaire	164
4.38	Observation des mécanismes d'endommagement de la matière MC à -30°C, a) micrographie optique de l'état de surface de l'éprouvette -30-MC-01 montrant une décohésion intergranulaire, b) micrographie optique réalisée en coupe dans l'épaisseur suivant l'axe de chargement de l'éprouvette -30-MC-01 montrant que les décohésions intergranulaires ont une forme caractéristique en "virgule" et c) faciès de rupture de l'éprouvette -30-MC-02 montrant une surface lisse et facetée témoignant d'un amorçage intergranulaire et d'une zone striée indiquant la propagation stable par fatigue de la fissure dans l'épaisseur de l'éprouvette	165
5.1	Courbes de fatigue standard donnant la contrainte de fatigue maximale appliquée en fonction du nombre de cycles à rupture comparant le comportement de la matière Std brasée dans le cadre de cette étude (en vert) et brasée dans le cadre de la thèse de A.Buteri (en violet). (R=0.1, $\Delta\sigma = cte$, température ambiante et f=10Hz)	169
5.2	Graphiques donnant le profil temps-température des cycles de brasages a) " froid " température de 580°C et temps de maintien de 10min, b) " rapide " température de 615°C et temps de maintien de 5min, c) " chaud " température de 615°C et temps de maintien de 15min et d) de référence , utilisé pour le brasage des éprouvettes, température entre 580°C et 600°C et temps de maintien de 15min	171
5.3	Micrographies optiques et cartographies EDX du silicium montrant l'état de surface des tôles et micrographies optiques après attaque au réactif de Keller montrant la microstructure vue en coupe après a) le cycle de brasage "froid" à 580°C, b) le cycle de brasage "rapide" à 610°C, c) le cycle de brasage "chaud" à 615°C et d) le cycle de brasage de référence	173
5.4	Variation de la température mesurée à l'intérieur du four de brasage autour de la consigne réglée à 620°C	174
5.5	Courbes de fatigue normalisées donnant le ratio de la contrainte de fatigue maximale sur la limite à rupture de chaque matière en fonction du nombre de cycles à rupture, et comparant le comportement de la matière Std brasée dans le cadre de cette étude (en vert, avec R=0.1, $\Delta\sigma = cte$, température ambiante et f=10Hz) et d'un alliage Fe-Si issu de la thèse de Dehmani [DEH 16] (en rose, avec R=0.1, $\Delta\sigma = cte$, température ambiante et f=64Hz)	175

5.6	a) Courbe donnant la force en fonction du déplacement lors d'un essai de fatigue à température ambiante sur la matière Std montrant un phénomène de rochet avant une stabilisation à partir du 1000 ^{ème} cycle, b) courbe contrainte vraie déformation vraie pour un alliage Fe-Si montrant qu'un phénomène de Rochet cyclique se manifeste en début d'essai et c) courbe de traction comparant l'écrouissage entre la matière Std et la matière Fe-Si. Les données concernant l'alliage Fe-Si proviennent de Dehmani <i>et al.</i> [DEH 16]	177
5.7	Schéma représentant la formation d'une rupture en surface lors du premier cycle au niveau des joints de grains ainsi que sa forme caractéristique en virgule, dans l'exemple de la matière Std	178
5.8	a) Micrographie optique après attaque au réactif de Keller d'une fissure secondaire d'une éprouvette en matière Std non polie testée à température ambiante pour une contrainte équivalente à 96% de la limite à rupture b) carte EBSD-IPF-Y (pas 0,4 μ m) et c) carte de désorientation (kernel 9x9) montrant une forte désorientation des grains en pointe de fissure (entouré en blanc)	178
5.9	Coupes tomographiques montrant la décohésion partielle d'un grain après le premier cycle de chargement. a) Coupe reconstruite après le premier cycle de l'éprouvette ESRF-Std-NP-1 suivant le plan XY parallèle à la surface, b) coupe réalisée suivant les pointillés jaunes dans le plan YZ et b) visualisation de la décohésion partielle d'un grain projetée selon le plan XY, la couleur orange correspond à la fissure en surface et le violet à la fissure sous la surface	179
5.10	Micrographies optique d'éprouvettes cassées après essais Charpy a) de l'alliage 2024 massif, b) de l'alliage 7075 massif, et c) du composite laminé 2024/7075 d'après [CEP 08]	180
A.1	Micrographies optiques donnant l'état de surface de l'éprouvette Std -P-02 a) état initial et b) après le premier cycle. État de surface de l'éprouvette Std-P-07 (après attaque au réactif de Keller) a) état initial et b) après le premier cycle. Les fissures apparaissant au premier cycle sont entourées rouge	187
A.2	Micrographies optiques de la tranche polie de l'éprouvette de fatigue Std-P-08 au cours d'un essai de fatigue. La même zone a été observée a) à l'état initial, b) après 50 000 cycles, c) après 75 000 cycles, et d) après 80 000 cycles	188
A.3	Micrographies optiques et représentation schématique de la fissure Std-P-01-f1 sur l'une des faces de l'éprouvette Std-P-01 au cours d'un essai de fatigue à température ambiante. Un joint de grains rompu montrant une forte ouverture (en vert sur les représentations schématiques) est observé après un cycle de chargement. La propagation, après un temps d'incubation (entre environ 45% et 60% de la durée de vie), d'une fissure depuis ce joint rompu est indiquée en rouge sur les vues schématiques. Les tâches noires correspondent à un défaut de polissage et le chargement s'effectue suivant l'axe y	189
A.4	Micrographies optiques montrant un joint de grain rompu à la surface de l'éprouvette Std-NP-02 non rompue après 10 000 000 de cycles	190
A.5	Fractographies montrant les faciès de rupture à température ambiante des éprouvettes a) Std-NP-02 b) Std-P-08 c) Std-NP-05 d) Std-NP-03 et e) Std-NP-04. Pour chaque éprouvette une vue générale du faciès ainsi qu'un agrandissement centré sur la zone d'amorce intergranulaire est donnée (rectangles jaunes)	191

A.6	Visualisation 3D montrant la propagation des fissures vue de face et selon un plan perpendiculaire à l'axe de chargement de l'éprouvette ESRF-Std-NP-02 après- a) 0 cycle à 4N, b) 0 cycle à 23N, c) 1 000 000 cycles à 23N, d) 1 100 000 cycles à 33N, e) 120 000 cycles à 33N, f) 1 305 000 cycles à 39N, g) 1 400 000 cycles à 39N et h) 1 500 000 cycles à 39N. Taille de voxel $0.7\mu\text{m}$	192
B.1	Photographies comparant l'aspect de surface d'une tôle de matière Std brasées sans flux (a) et avec flux (c) et micrographies optiques après attaque au réactif de Keller vue en coupe de la matière Std brasée sans flux (b) et avec flux (d). Dans les deux cas les matières ont un aspect similaire	194
B.2	Courbes de fatigue à température ambiante donnant la contrainte maximale (en MPa) en fonction du nombre de cycles à rupture pour les matières Std brasées <i>avec flux</i> (en vert) et Std brasées <i>sans flux</i> (en orange). Les points avec les flèches représentent les éprouvettes non rompues ($R=0.1$, $\Delta\sigma = cte$, température ambiante et $f=10\text{Hz}$)	195
C.1	Micrographies optiques après attaque au réactif de Keller comparant la microstructure d'une éprouvette de matière Std issues de a) la première session de brasage et b) de la seconde session de brasage	197
C.2	Courbes de fatigue à température ambiante donnant la contrainte maximale (en MPa) en fonction du nombre de cycles à rupture pour les matières : Std issues de la 1 ^{ère} session de brasage (en vert) et Std issues de la 2 ^{nde} session de brasage (en orange). Les points avec les flèches représentent les éprouvettes non rompues ($R=0.1$, $\Delta\sigma = cte$, température ambiante et $f=10\text{Hz}$)	198
D.1	Courbe donnant la force en fonction du déplacement lors d'essais a) sur matière UC à température ambiante, b) matière Std-NB à température ambiante, c) matière Std à température ambiante, d) matière Std à -30°C et e) matière Std à 120°C	200

Liste des tableaux

1.1	Domaine de fusion et température maximale de brasage des principaux alliages assemblés par brasage fort [DEV 92]	14
1.2	Domaine de fusion et de brasage des principaux alliages d'apport pour le brasage fort [DEV 92]	14
2.1	Composition chimique AA (Aluminium Association) des alliages 3003 et 4045. L'alliage 3916 est une appellation propre à Constellium, données issues des travaux de Buteri <i>et al.</i> [BUT 12]. Composition en %massique	48
3.1	Compositions chimiques du placage résiduel et du centre de l'âme issues des mesures EPMA réalisées dans l'épaisseur. Les compositions chimiques du 3916 et 4045 avant brasage sont données en comparaison	82
3.2	Propriétés mécaniques de la matière Std avant et après brasage, avec $R_{p0.2}$ la limite d'élasticité conventionnelle à 0.2% de déformation plastique, R_m la contrainte maximale à rupture, A(%) l'allongement à rupture, E le module d'Young et ν le coefficient de Poisson. L'écart-type est donné entre parenthèse	86
3.3	Conditions expérimentales des essais de fatigue sur la matière Std brasée et détail des analyses réalisées. Les éprouvettes notées comme interrompues ont été arrêtées juste avant la rupture finale	92
3.4	Synthèse des observations réalisées sur les éprouvettes de matière Std (après brasage) à température ambiante. Les éprouvettes avec le symbole * n'ont été polies que sur la tranche	98
4.1	Propriétés mécaniques des matières UC et Std après brasage, avec $R_{p0.2}$ la limite d'élasticité conventionnelle à 0.2% de déformation plastique, R_m la contrainte maximale à rupture et A(%) l'allongement à rupture. Le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν proviennent de la littérature [BUT 12]. L'écart-type est donné entre parenthèses	121
4.2	Conditions expérimentales des essais de fatigue sur la matière UC brasé et détail des analyses réalisées	125
4.3	Compositions chimiques du placage résiduel issues des mesures EPMA réalisées dans l'épaisseur des matières Std et MC	143
4.4	Propriétés mécaniques des matières Std et MC après brasage, avec $R_{p0.2}$ la limite d'élasticité conventionnelle à 0.2% de déformation plastique, R_m la contrainte maximale à rupture et A(%) l'allongement à rupture. L'écart-type est donné entre parenthèse	145

4.5	Conditions expérimentales des essais de fatigue sur la matière MC brasée et détail des analyses réalisées. Le nombre de cycles avec une étoile correspond à un essai interrompu avant la rupture finale de l'éprouvette	148
4.6	Propriétés mécaniques des matières Std et MC à -30°C, 20°C et 120°C, avec $R_{p0.2}$ la limite d'élasticité conventionnelle à 0.2% de déformation plastique, R_m la contrainte maximale à rupture et A(%) l'allongement à rupture. L'écart-type est donné entre parenthèse	158
4.7	Conditions expérimentales des essais de fatigue à 120 et -30°C sur la matière Std et MC et détail des analyses réalisées. Le nombre de cycles avec une étoile correspond à un essai interrompu avant la rupture finale de l'éprouvette	162
4.8	Comparaison entre les mécanismes d'endommagement de la matière UC et Std à température ambiante	166
A.1	Synthèse des observations réalisées sur les éprouvettes de matière Std (après brasage) à température ambiante. Les éprouvettes avec le symbole * n'ont été polies que sur la tranche	186
A.2	Conditions expérimentales de cyclage pour les différentes éprouvettes de matière Std (après brasage) à température ambiante étudiées par fractographie	186

Introduction

Les alliages d'aluminium sont utilisés depuis des années pour la production d'échangeurs thermiques automobiles. Ils ont peu à peu supplanté les alliages de cuivre utilisés jusqu'alors [MIL 00, SHA 03] du fait de leur faible masse volumique, de leur bonne conduction thermique, de leur faible coût et, également, parce qu'ils ont des propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion satisfaisante pour ce genre d'application tout en étant compatibles avec le procédé d'assemblage par brasage. Les radiateurs de refroidissement, objet de cette étude, peuvent être produits de deux façons : par assemblage mécanique ou par brasage. Bien que demandant des installations plus lourdes avec notamment l'obligation d'utiliser des fours sous atmosphère contrôlée, le brasage est la technologie la plus employée. Elle permet notamment d'obtenir un meilleur échange thermique, grâce à une continuité métallurgique entre les différents composants, ainsi que l'emploi de matière ayant une meilleure tenue à la corrosion. Les différents éléments constituant un radiateur brasé, et plus particulièrement les tubes, sont fabriqués, classiquement, à partir de trois alliages d'aluminium colaminés (4XXX/3XXX/4XXX). Des structures (aussi appelées sandwich) présentant des couches additionnelles (en série 1XXX ou 3XXX), appelées intercouches, placées entre l'alliage d'âme et le placage en 4XXX peuvent également être utilisées. Ces matières dites multi-couches présentent classiquement 4 ou 5 couches au total.

Poussée par le durcissement des normes antipollution (EURO 6B puis EURO 6C) ainsi que par des contraintes économiques, la tendance actuelle du marché automobile est au downsizing¹ et à l'allègement des véhicules. Pour les échangeurs thermiques, cette réduction de masse passe notamment par la diminution de l'épaisseur des composants [HIS 08]. Cette réduction d'épaisseur, combinée à l'augmentation des contraintes mécaniques en service vues par l'échangeur thermique peut conduire à une rupture par fatigue des composants et particulièrement des tubes [KAH 14]. Même si les phénomènes de corrosion sont toujours un important sujet de recherche pour garantir une grande durée de vie des matériaux [TIE 06, BEN 06, KIL 07], le facteur limitant pour la durabilité des échangeurs thermiques se déplace maintenant vers la résistance en fatigue des échangeurs.

Ce travail de recherche s'appuiera notamment sur les résultats obtenus lors du projet ANR-ELISE (**E**ndurance **L**imite **S**imulée des **E**changeurs) [BUT 12]. Cette étude, fruit d'une collaboration entre Valeo, Constellium et l'INSA de Lyon, portait sur l'étude de l'influence des placages sur la tenue en fatigue des échangeurs (matières tri-couches standard pour échangeur thermique brasé). Ce travail a permis de mettre en évidence le rôle majeur des différents placages dans chacune des phases de l'endommagement et a également montré l'influence de l'état de surface sur la tenue en fatigue des éprouvettes testées (présence de gouttes de placage résiduel). Cependant,

1. Ensemble de procédés permettant de réduire la cylindrée d'un moteur sans en dégrader la puissance pour en diminuer les émissions toxiques

cette étude, limitée à des matières tri-couches a été effectuée à température ambiante alors que la température de fonctionnement est comprise entre -30°C et 120°C .

Sur la base de ces travaux antérieurs, les objectifs de cette thèse sont i) de définir l'endommagement en l'absence des gouttes de placage pour une matière tri-couche, ii) d'acquérir une meilleure compréhension de l'effet des différentes couches constitutives des matières (placage et intercouche) sur les mécanismes d'endommagement par fatigue et iii) d'évaluer l'effet de la température sur ces mécanismes afin de pouvoir proposer, in fine, des solutions pour augmenter la durée de vie des échangeurs. Ce manuscrit de thèse est constitué de 5 chapitres :

Le **premier chapitre**, présente une synthèse bibliographique permettant de faire un état des connaissances concernant la structure et les modes de défaillances des échangeurs thermiques utilisés dans le monde automobile. Le procédé d'assemblage par brasage de ces échangeurs y est décrit, ainsi que la microstructure résultante. Une synthèse concernant la résistance en fatigue de matériaux de fines épaisseurs termine ce chapitre.

Le **second chapitre** décrit les matières utilisées ainsi que la procédure de fabrication des éprouvettes. L'ensemble des dispositifs expérimentaux pour les essais mécaniques et les techniques de caractérisation microstructurale utilisées au cours de ce travail sont également présentées.

Le **troisième chapitre** est consacré à l'étude des mécanismes d'endommagement d'une matière tri-couches de référence à température ambiante. Après une caractérisation approfondie de la microstructure et des propriétés mécaniques de cette matière, des essais de fatigue suivi ex-situ ont permis d'analyser les phases d'amorçage et de propagation des fissures. Ces résultats, couplés à des essais de fatigue in-situ en tomographie, ont permis de clarifier les mécanismes d'endommagement conduisant à la rupture par fatigue.

Le **quatrième chapitre**, organisé en trois grande parties, porte sur l'influence de la structure des sandwiches et de la température sur les mécanismes d'endommagement en fatigue. Une démarche similaire à celle employée au chapitre 3 est utilisée. Afin de préciser le rôle clé du placage résiduel sur les mécanismes d'endommagement, la première partie de ce chapitre est consacrée à l'étude des mécanismes d'endommagement d'une matière brasée non plaquée. Dans une seconde partie, les mécanismes d'endommagement d'une matière présentant un unique intercouche (matière multi-couche), sont étudiés. Enfin dans une dernière partie, l'effet de la température sur les mécanismes d'endommagement de ces 2 matériaux est évalué.

Le **cinquième et dernier chapitre** s'attache à discuter les précédents résultats afin d'en tirer des conclusions quant à la compréhension des mécanismes de fissuration étudiés.

Chapitre 1

État de l'art

Ce chapitre a pour but de dresser un état de l'art sur la rupture en fatigue des échangeurs thermiques automobiles brasés ; l'accent est mis en particulier sur le radiateur de refroidissement qui a fait l'objet de cette étude. Pour cela, les différents échangeurs présents sur véhicule ainsi que leurs modes de défaillances sont décrits. Le procédé de brasage utilisé pour leur fabrication ainsi que son impact sur la microstructure des différentes couches 4XXX et 3XXX, sont également discutés. Les travaux relatifs à la fatigue des matériaux de fine épaisseur et à la tenue en fatigue après brasage sont présentés.

Sommaire

1.1	Les échangeurs thermiques et leurs modes de défaillance	4
1.1.1	Les différents échangeurs	4
1.1.2	Le circuit de refroidissement	5
1.1.3	Structure et principe de fonctionnement d'un radiateur de refroidissement	6
1.1.4	Les différents modes de défaillance des échangeurs	8
1.2	Microstructure des alliages d'aluminium	12
1.2.1	Principe et objectif du brasage	12
1.2.2	Le brasage Nocolok®	16
1.2.3	Microstructure des alliages d'aluminium avant brasage	19
1.2.4	Microstructure des alliages d'aluminium après brasage	21
1.3	Endommagement en fatigue	29
1.3.1	Généralités sur l'endommagement en fatigue	29
1.3.2	Propriétés mécaniques du joint de brasage	33
1.3.3	Influence de la microstructure du tube sur les propriétés mécaniques	35
1.3.4	Tenue en fatigue et mécanismes d'endommagement	38
1.4	Bilan	46

1.1 Les échangeurs thermiques et leurs modes de défaillance

1.1.1 Les différents échangeurs

Lorsqu’un véhicule est en fonctionnement, la température du moteur augmente du fait de la combustion du carburant et des frottements internes. Une température trop élevée peut engendrer une baisse de puissance, une augmentation de la consommation et de l’usure, et peut aller jusqu’à la casse moteur. A l’inverse, une température trop basse dégrade fortement les performances du moteur et provoque une usure prématurée. Il y a donc nécessité de réguler la température du moteur, ce qui passe par l’utilisation de différents échangeurs thermiques. Au nombre de deux au minimum, ce nombre peut très vite augmenter en fonction du type de véhicule (essence, diesel, hybride ou électrique) et des équipements présents dans le véhicule (climatisation).

La figure 1.1 présente les différents échangeurs que l’on peut retrouver sur un véhicule automobile. Bien que ceux-ci présentent des designs et des géométries différents, notamment en raison de la nature des échanges thermiques par exemple air/air ou air/eau, leurs structure générale reste la même.

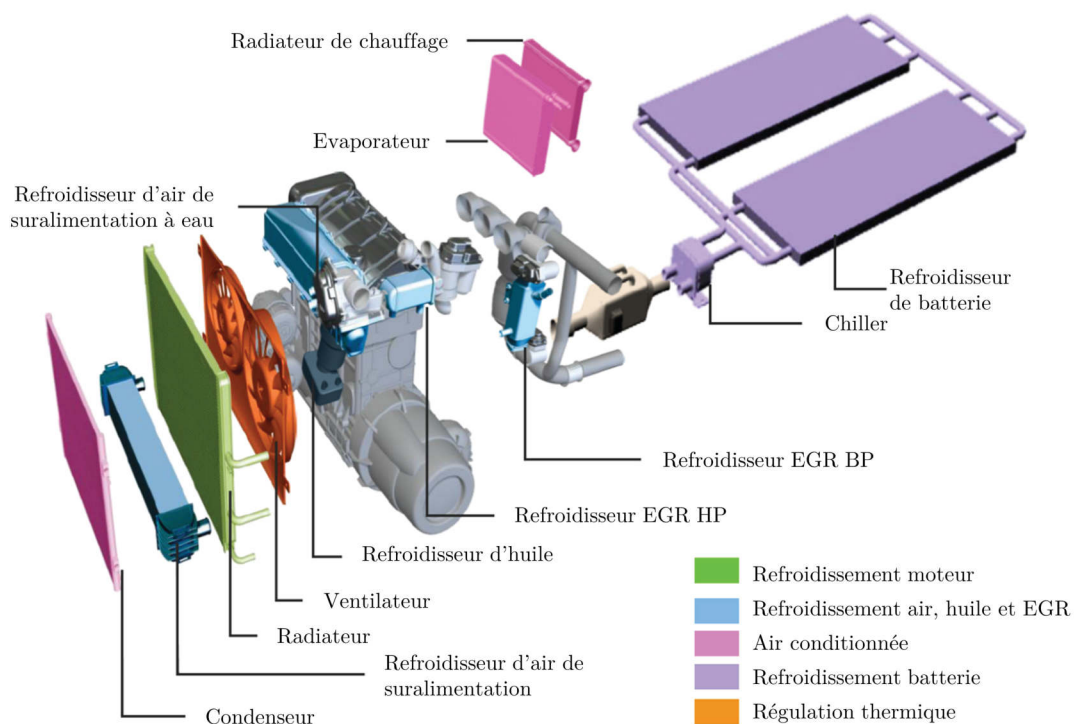


FIGURE 1.1 – Vue schématique éclatée des différents échangeurs thermiques pouvant se retrouver sur un véhicule automobile [VAL 16]

Les échangeurs sont regroupés en fonction de la boucle de refroidissement à laquelle ils appartiennent. Ainsi le circuit moteur comprend le radiateur de refroidissement chargé de maintenir

la température à un niveau optimal et un radiateur de chauffage qui utilise la chaleur produite par le moteur pour réchauffer l'habitacle. A ces deux échangeurs, un refroidisseur d'huile pourra être ajouté afin d'éviter une montée en température de l'huile qui entraînerait sa dégradation.

Dans le cas des voitures suralimentées¹ (ce qui est le cas de la plupart des véhicules diesel et de plus en plus de voitures essence), le refroidissement des gaz d'admissions est assuré par le refroidisseur d'air de suralimentation. A puissance équivalente, un moteur suralimenté verra sa cylindrée diminuer et donc sa consommation baisser. Le dispositif de suralimentation consiste en un turbocompresseur (ou compresseur mécanique) directement entraîné par le moteur qui vient comprimer l'air d'admission. Du fait de cette compression, l'air d'admission voit sa température augmentée. Or, un air chaud est moins dense ce qui diminue le rendement du moteur. Le refroidisseur d'air de suralimentation a donc pour but de réduire la température de l'air comprimé.

D'autres échangeurs interviennent directement dans la boucle de dépollution, c'est le cas des refroidisseurs EGR (Exhaust Gaz Recirculation). Les dispositifs EGR sont utilisés afin de diminuer les émissions des oxydes d'azote (notamment des véhicules diesels). Le principe consiste à ré-admettre une partie des gaz d'échappement afin de ralentir la vitesse de combustion (l'ajout de gaz d'échappement diminue la proportion d'oxygène dans le mélange et réduit la température lors de la combustion). Avant d'être réadmis, les gaz d'échappement doivent être refroidis une première fois, c'est le rôle du refroidisseur EGR. En fonction de sa place dans le moteur il pourra fonctionner à basse ou à haute pression (EGR BP ou HP).

Le circuit de climatisation est composé de deux échangeurs. Le condenseur, placé en face avant du véhicule, est chargé d'évacuer la chaleur de l'habitacle vers l'extérieur. L'évaporateur, placé sous le tableau de bord, diffuse un air frais et sec dans l'habitacle. Cette boucle, indépendante des autres, utilise les changements d'états d'un fluide caloporteur et un compresseur afin d'assurer les échanges thermiques.

Enfin, dans le cas des voitures électriques ou hybrides, il est nécessaire de maintenir les batteries dans une plage de température optimale. Lors de leur utilisation, les batteries Lithium-ions chauffent, or la température a un effet direct sur leur bon fonctionnement d'où l'utilisation de refroidisseurs.

1.1.2 Le circuit de refroidissement

Bien que, la régulation thermique des voitures se voie complexifiée avec l'évolution des technologies, le radiateur de refroidissement, objet de cette étude, reste l'échangeur central de la régulation thermique du véhicule (hors climatisation). Placé en face avant du véhicule, juste derrière le condenseur dans le cas d'une voiture climatisée, c'est lui qui va redistribuer la chaleur générée par le moteur, de sorte qu'il ne surchauffe pas et ne grippe pas.

La figure 1.2 représente de façon schématique le circuit de refroidissement moteur d'un vé-

1. La suralimentation consiste à apporter plus d'air et de carburant lors de la combustion afin d'augmenter le rendement du moteur

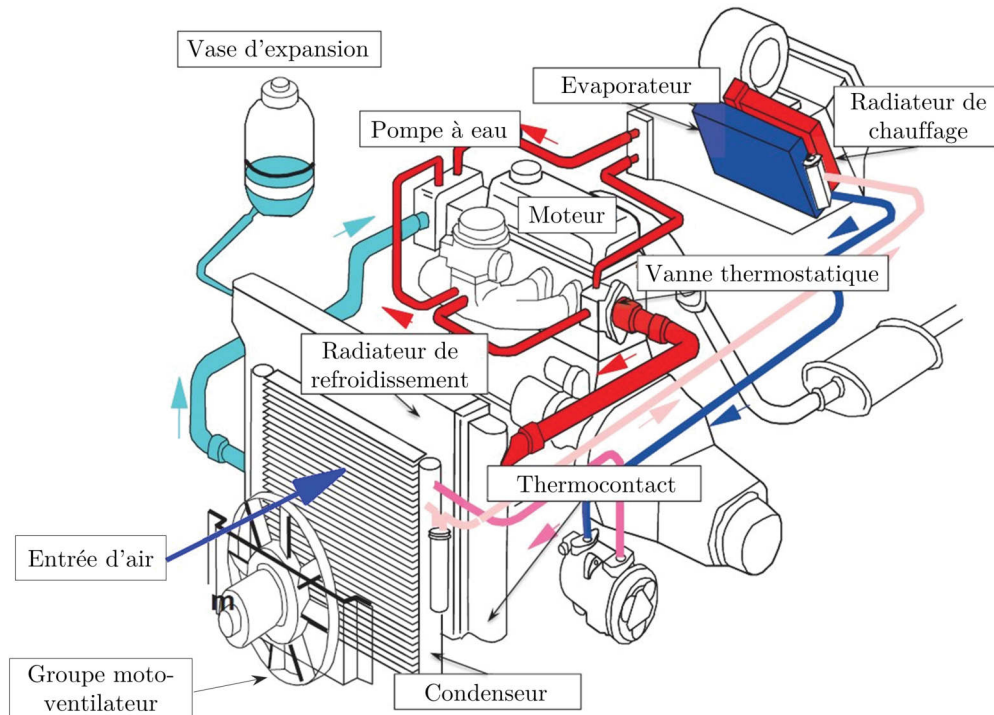


FIGURE 1.2 – Vue schématique des organes composant un circuit de refroidissement moteur. La boucle de climatisation est également représenté [BUT 12].

hicule. Le liquide de refroidissement, composé d’eau, de glycol et d’inhibiteur de corrosion, est maintenu sous pression dans un circuit fermé. Il est mis en circulation via la pompe à eau qui est directement entraînée par la courroie de distribution. La vanne thermostatique, située à proximité du moteur, permet la régulation du débit de liquide dans la boucle. Un vase d’expansion, permet de compenser les variations de volume de l’eau en fonction de la température. Enfin, afin d’assurer les échanges thermiques même à l’arrêt un groupe moto-ventilateur est associé au circuit de refroidissement.

1.1.3 Structure et principe de fonctionnement d’un radiateur de refroidissement

Le radiateur de refroidissement, dont la structure est donnée figure 1.3.a, est constitué de différents éléments qui peuvent être regroupés selon qu’ils contribuent aux échanges thermiques (tubes et intercalaires aussi appelé faisceau du radiateur) ou à la tenue mécanique de l’échangeur (joes et collecteurs). Les joes assurent la bonne tenue de l’ensemble notamment avant l’étape de brasage (afin d’assurer le maintien de l’assemblage) et lors de montées en pression durant le service. Les boîtes à eau (le plus souvent fabriquées en matériau polymère), sont serties dans les collecteurs (composant présentant la plus forte épaisseur, de l’ordre de 1mm), et assurent l’étanchéité de l’échangeur. Le liquide de refroidissement est distribué dans les différents tubes (épaisseur de l’ordre de 250 μm) via les collecteurs. Les intercalaires (composant le plus fin, de l’ordre de 70 μm) situés entre les tubes maximisent les échanges thermiques entre les tubes et

l'air extérieur en multipliant les surfaces d'échanges grâce à leur forme repliée, figure 1.3.b.

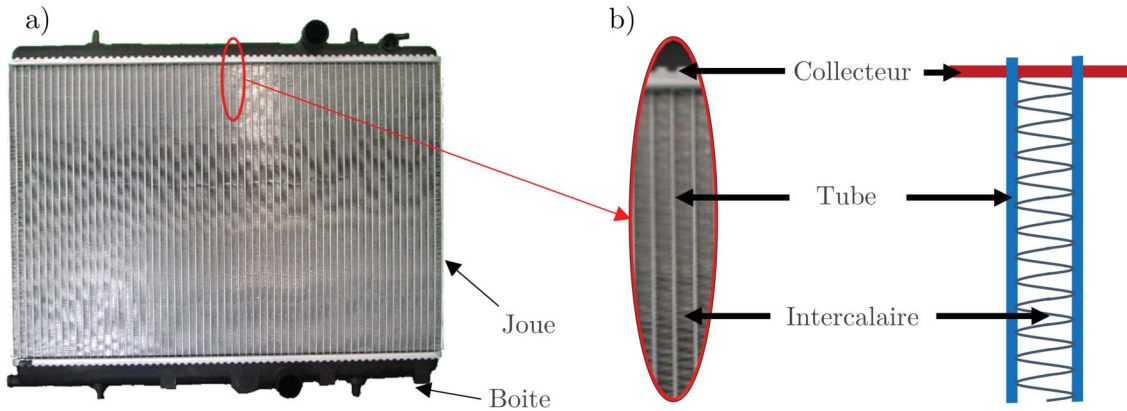


FIGURE 1.3 – Structure d'un radiateur de refroidissement - a) photo montrant le radiateur, b) agrandissement représentation schématique

Les différents échanges thermiques qui ont lieu au sein du radiateur sont représentés figure 1.4. Ils peuvent être divisés en trois étapes. Tout d'abord, le liquide de refroidissement chaud en provenance du bloc moteur transmet par convection la chaleur aux parois du tube. A noter que, pour augmenter cette convection, des perturbateurs peuvent être introduits à l'intérieur des tubes rendant l'écoulement du liquide plus turbulent. Puis la chaleur est transmise par conduction à travers l'épaisseur des tubes jusqu'aux intercalaires. Cette transmission est d'autant plus importante du fait du très bon contact physique existant entre les tubes et les intercalaires induit par le procédé de brasage. Enfin, par une dernière étape de convection l'échange thermique se fait entre les intercalaires et les parois externes des tubes vers le milieu extérieur.

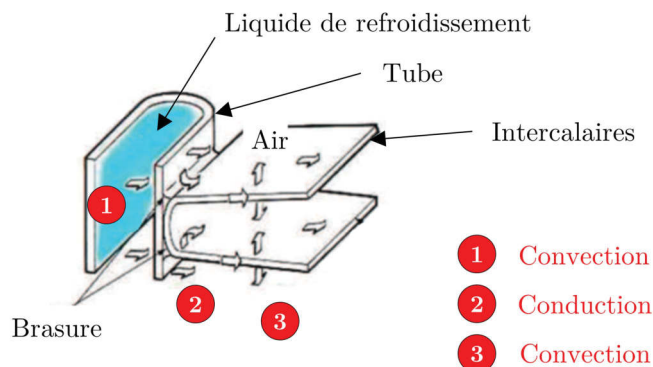


FIGURE 1.4 – Schéma de principe de refroidissement d'un échangeur thermique [BUT 12]

1.1.4 Les différents modes de défaillance des échangeurs

En service, les échangeurs thermiques sont soumis à deux grands types de sollicitations pouvant conduire à une défaillance : les phénomènes de corrosion et les sollicitations mécaniques.

1.1.4.1 Les phénomènes de corrosion

La corrosion est l’une des principales causes de défaillance des échangeurs thermiques et notamment du radiateur de refroidissement. D’un point de vue thermodynamique, l’aluminium est un métal très réactif [LAT 52]. Sous forme massive dans un milieu oxydant, une fine couche d’oxyde se forme instantanément à sa surface ce qui l’isole du milieu extérieur. Les diagrammes d’équilibre potentiel-pH dans l’eau à 25°C ou diagramme de Pourbaix [POU 63], renseignent sur l’état des métaux purs dans l’eau à 25°C en fonction du potentiel auquel ils se trouvent et du pH. Ce diagramme (figure 1.5) montre l’existence d’un domaine de passivation compris entre pH 4 et 9 où la couche d’oxyde est stable et protège le métal. En revanche pour des valeurs de pH non compris dans ce domaine il y a corrosion de l’aluminium.

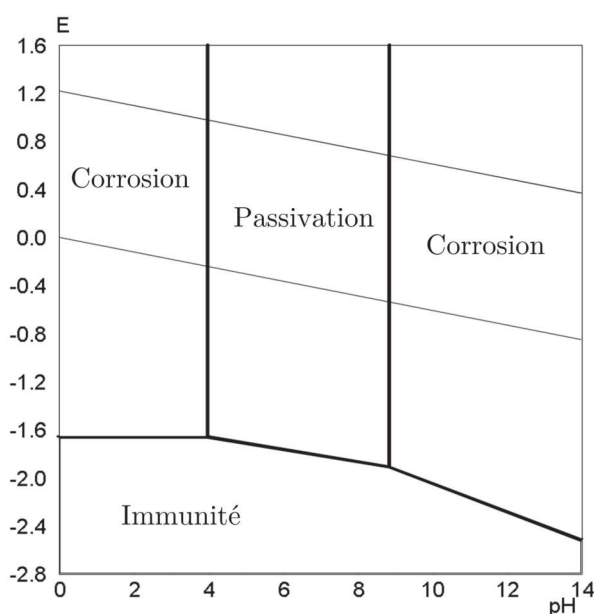


FIGURE 1.5 – Diagramme de Pourbaix E-pH de l’aluminium dans l’eau à 25°C [POU 63]

Cette corrosion peut être de différents types, on pourra citer entre autres :

- La corrosion généralisée : répartie uniformément sur la surface du métal en contact avec le milieu corrosif.
- La corrosion par piqûres : forme très localisée, amorcée par la présence d’ions agressifs tels que Cl^- (qui a une capacité à rompre la couche d’oxyde) et d’un oxydant. C’est une forme de corrosion insidieuse de par la formation de petites cavités alors que la surface reste intacte.

- La corrosion intergranulaire : formation de cavités le long des joints de grains par dissolution sélective de certains constituants métalliques présents dans ces zones.
- La corrosion feuilletante ou exfoliante : il s'agit d'un cas particulier de la corrosion intergranulaire. La corrosion se propage suivant des plans parallèles à la direction de laminage. Du fait du gonflement des produits de corrosion il y a écartement du métal sous forme de feuillets.
- La corrosion galvanique : résulte d'un couplage électrique entre deux métaux de nature différente placés au contact d'un milieu corrosif. Un couplage galvanique entre le silicium du joint de brasage et la matrice d'aluminium peut par exemple se produire.
- La corrosion sous contrainte : provoque des ruptures sans attaque notable du métal par l'effet conjugué d'une contrainte mécanique et d'un milieu corrosif.
- La corrosion par cavitation ou érosion : elle est liée à la circulation d'un liquide.

Le radiateur de refroidissement, étant situé en face avant, est en contact direct avec des solutions aqueuses présentant différentes compositions et valeurs de pH. Ainsi, les sels de déneigement, les liquides de nettoyage auto ou l'air marin sont autant de paramètres pouvant induire des phénomènes de corrosion externe. La dégradation au fil du temps du liquide de refroidissement, ou l'insertion de liquides non adaptés, peut également induire des phénomènes de corrosion interne.

Des tests accélérés spécifiques sont mis en place pour rendre compte de la tenue à la corrosion des échangeurs [TIE 06]. Le plus connue est l'essai SWAAT ("Sea Water Acetic Acid Test") soumettant l'échangeur à un brouillard salin afin d'évaluer sa résistance à la corrosion externe [AST 11]. Tous ces mécanismes de corrosion (interne ou externe) sont largement étudiés dans la littérature [TIE 06, DIN 05] et, bien que très importants pour les équipementiers et plus généralement pour l'industrie automobile, ils ne sont pas l'objet de ce travail.

Des matières sont développées spécifiquement dans le but de résister à ces tests et donc à la corrosion. C'est le cas des matières dites multicouches étudiées par la suite. Celles-ci présentent une couche de placage supplémentaire présentant un potentiel de corrosion plus négatif que l'âme. Cette couche va se comporter de façon sacrificielle par rapport à l'âme et donc favoriser une corrosion latérale et non pas traversante [PER 12]. Ces matières plus onéreuses sont réservées aux applications nécessitant une forte résistance à la corrosion (par exemple dans le cas des refroidisseurs d'air de suralimentation). Cependant, du fait de la réduction constante des épaisseurs des composants qui constituent les échangeurs, leur utilisation est maintenant également envisagée dans le cadre des radiateurs de refroidissement. Bien que quelques études de tenue à la corrosion aient été réalisées [BOR 14], leur tenue en fatigue n'a cependant, à notre connaissance, fait l'objet d'aucune étude publiée dans la littérature.

1.1.4.2 Les phénomènes de fatigue

En service, le radiateur de refroidissement est soumis à différents types de chargement :

- **Les vibrations** - Elles sont dues au roulage du véhicule et au fonctionnement du moteur. Tous les composants du radiateur peuvent être affectés par ce phénomène qui peut donner lieu à l’amorçage et à la propagation d’une fissure. Des essais sur pots vibrants sont réalisés afin de s’assurer de l’absence de phénomènes de résonance catastrophique pour l’échangeur [BON 16].
- **Les variations de pression** - Il s’agit de variations brutales de pression dans le circuit de refroidissement dues aux changements brusques du régime moteur (la pompe à eau est directement entraînée par la courroie de distribution) ou à l’ouverture des vannes thermostatiques (figure 1.2). Ces variations de pressions sont reproduites sur banc dit de "pression cyclée". La répétition de ces cycles donne principalement lieu à une casse par fatigue des collecteurs ou des boîtes à eau, mais aussi des tubes.
- **Les chocs thermiques** - Ils sont provoqués par l’entrée soudaine du liquide de refroidissement chaud dans le radiateur. Afin de faire monter rapidement le moteur à une température optimale, le liquide de refroidissement ne passe pas immédiatement dans le radiateur. Ce n’est qu’une fois une certaine température atteinte (de l’ordre de 95-110°C) que les calostats s’ouvrent et que le liquide de refroidissement chaud entre dans l’échangeur provoquant un choc thermique. Les composants du radiateur étant de géométries et de natures différentes, leurs montées en température n’est pas homogène. Sous l’effet de la chaleur, le faisceau va se dilater et s’allonger. Cependant les tubes situés aux extrémités du radiateur sont bloqués par les joues. Celles-ci étant plus épaisses et plus froides, elles se dilatent beaucoup moins vite (le liquide de refroidissement n’étant pas directement en contact avec elles). Les tubes d’extrémités ne pouvant se dilater avec le reste du faisceau, des phénomènes de flexions se produisent au niveau des pieds de tube comme le montre la figure 1.6. Ces contraintes thermomécaniques sont uniquement transitoires, une fois l’état stationnaire atteint, la température est sensiblement la même dans tout l’échangeur.

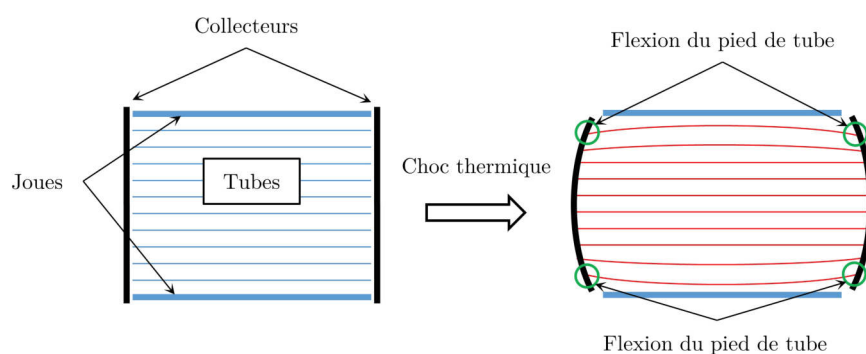


FIGURE 1.6 – Schéma représentant la dilatation d’un radiateur de refroidissement lors d’un choc thermique. La localisation des contraintes se produit aux pied des tubes d’extrémités (cercles vert sur la figure)

Des bancs d’essais permettent de reproduire ces différents modes de chargements afin de tester la réponse à l’endommagement de l’échangeur complet. L’instrumentation de radiateurs

par des jauges de déformations a montré que contrairement aux sollicitations par vibrations ou par variations de pressions, les chocs thermiques engendrent des déformations plastiques et sont donc très dommageables pour le radiateur [GAR 05]. La figure 1.7 permet de visualiser sur une courbe de Wöhler² schématique, les domaines d'endurance auxquels appartiennent ces chargements. Ces résultats, issus de travaux internes à Valeo [VIL 12a], font apparaître que les vibrations correspondent au domaine gigacyclique, la pression cyclée à l'endurance limitée et les chocs thermiques à la fatigue oligocyclique.

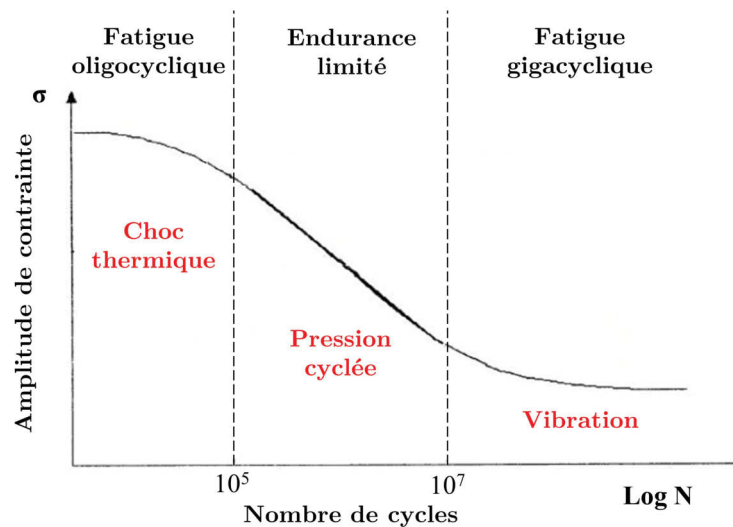


FIGURE 1.7 – Courbe de Wöhler représentant les différents domaines d'endurance. Les domaines d'endurance des différentes sortes de chargements sont également représentés [VIL 12a]

Ces différentes sollicitations peuvent amener à la rupture d'un composant du radiateur et notamment du tube. Cette rupture intervient dans la majorité des cas au niveau du pied de tube juste au dessus du joint de brasage entre le tube et le collecteur comme le montre la figure 1.8. Des calculs par éléments finis ont montré qu'il s'agit d'une zone de forte concentration de contraintes créée par le faible rayon de courbure du joint de brasage liant le tube au collecteur [BUT 12].

Le design des radiateurs est optimisé afin de réduire les zones de concentration de contraintes. Cependant cette approche a des limites, le design n'étant pas complètement libre. La résistance mécanique des matières utilisées pour réaliser le radiateur est donc primordiale. Afin d'évaluer cette résistance, il est plus simple de s'affranchir des contraintes liées à la structure du radiateur et de réaliser des essais sur des éprouvettes. En ce sens les travaux de Villemiane *et al.* cherchent à corréler la durée de vie sur route et sur éprouvette [VIL 12b]. Des essais de fatigue uni-axiaux sur des morceaux de tubes et de collecteurs ont été réalisés puis comparés aux données issues de bancs d'essais en choc thermique. Il apparaît une assez bonne corrélation des coefficients de Basquin entre ces deux séries d'essais montrant ainsi que les phénomènes thermomécaniques à l'origine de la casse des tubes en choc thermique peuvent être "reproduits" par des essais uni-

2. Les courbes de Wöhler et les notions qui s'y rapportent sont détaillées paragraphe 1.3.1

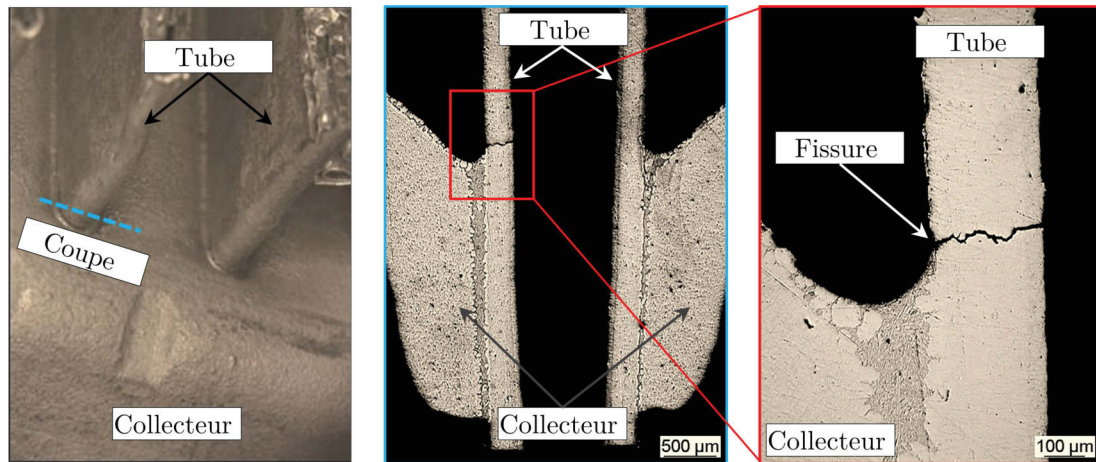


FIGURE 1.8 – Vues macroscopique et en coupe montrant une rupture par fatigue d'un tube de radiateur au niveau de la liaison tube / collecteur

axiaux sur un système simplifié.

Par la suite, Butéri *et al.* se sont intéressés à la corrélation entre des essais de fatigue uni-axiaux en traction-traction réalisés sur des éprouvettes "classiques" (plates, issues de métal brasé) et des essais sur des morceaux de tubes et de collecteurs [BUT 12]. Ces deux séries n'ont toutefois pas pu être reliées, leur coefficient de Basquin respectif étant trop différent. L'impact de la géométrie du système tube/collecteur sur les concentrations de contraintes est trop fort et réduit significativement le niveau de contrainte comparé aux essais pratiqués sur éprouvette. Cependant, la hiérarchie entre les deux matières évaluées (4045/3916/4045 et 4045/3916/7072) est conservée et dans une moindre mesure les pentes des droites également. De plus les mécanismes d'endommagement sont identiques, exception faite de l'effet géométrique.

1.2 Microstructure des alliages d'aluminium

De nos jours, la plupart des radiateurs sont assemblés par brasage, le reste de la production étant assemblé mécaniquement. Ces derniers bien que moins onéreux sont réservés aux véhicules de faible cylindrée présentant de faibles sollicitations en service. Le procédé de brasage permet : une bonne qualité des joints et donc un bon échange thermique (meilleur que dans le cas des assemblages mécaniques), l'obtention de design complexe ainsi qu'une bonne étanchéité.

1.2.1 Principe et objectif du brasage

Le brasage consiste en l'assemblage de deux pièces métalliques à l'aide d'un métal d'apport possédant une température de fusion inférieure à celle des pièces à assembler comme le montre la figure 1.9. Lors de cette opération, le métal d'apport passe à l'état liquide et mouille par capillarité les surfaces à assembler. Le métal de base ne participe pas par fusion à la construction du joint de brasage [DEV 92], contrairement au soudage il n'y a pas fusion des bords assemblés.

La diffusion des différents éléments garantit la continuité métallurgique entre le métal d'apport et le métal de base.

Deux grandes techniques de brasage se distinguent :

- **Le brasage tendre** - La température de fusion du métal d'apport est inférieure à 450°C. Ce procédé utilise des métaux lourds tel que l'étain, le plomb, le zinc...
- **Le brasage fort** - La température de fusion du métal d'apport est supérieure à 450°C. Ce procédé utilise un alliage d'aluminium comme métal d'apport.

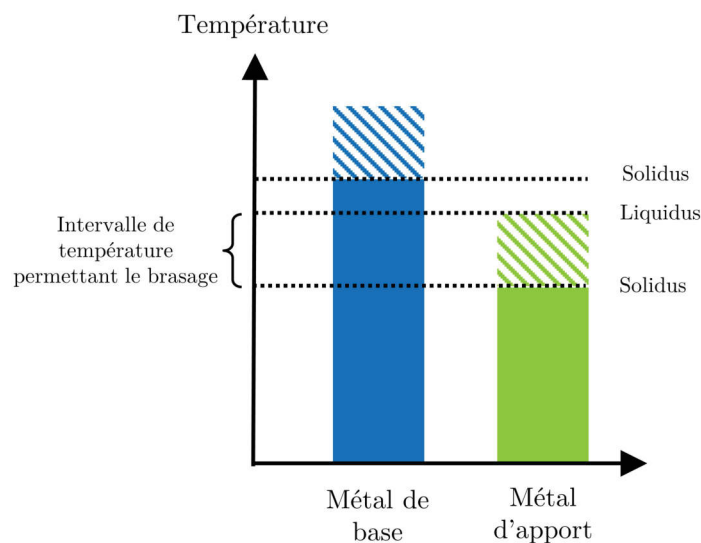


FIGURE 1.9 – Schéma montrant l'intervalle de température permettant le brasage

Pour la production des échangeurs thermiques, l'utilisation de métaux lourds à grande échelle n'étant pas viable d'un point de vue économique et environnemental, c'est le brasage fort qui est utilisé. Ce procédé est décrit dans le paragraphe suivant.

1.2.1.1 Métal de base pour le brasage fort

Les métaux de base utilisés (aussi appelés âmes dans la suite de ce manuscrit) appartiennent essentiellement aux séries 1XXX, 3XXX, 5XXX et 6XXX ; ils ne présentent pas de durcissement structural (à l'exception des 6XXX) pour éviter que les hautes températures atteintes lors du brasage ne changent complètement les propriétés du produit assemblé. Pour les alliages à durcissement structural, seuls ceux de la série 6XXX peuvent être brasés [DEV 92]. Le tableau 1.1 donne les caractéristiques des principaux alliages de base utilisés en brasage fort.

Depuis la quasi-généralisation du procédé de brasage sous atmosphère contrôlée, qui est peu tolérant au magnésium (voir le paragraphe 1.2.2), ce sont les alliages de la série 3XXX, dont l'élément d'addition principal est le manganèse, qui sont utilisés. Ceux-ci présentent le meilleur compromis entre aptitude au brasage, propriétés mécaniques et résistance à la corrosion.

Alliage	Domaine de fusion	Température maximale de brasage
AA1100	640 à 655°C	635°C
AA3003	643 à 654°C	630°C
AA3004	630 à 655°C	620°C
AA3005	630 à 655°C	620°C
AA3105	635 à 655°C	620°C
AA5005	627 à 652°C	610°C
AA5050	627 à 652°C	600°C
AA5052	605 à 649°C	580°C
AA5154	593 à 643°C	575°C
AA6060	616 à 652°C	595°C
AA6061	616 à 652°C	575°C
AA6063	627 à 652°C	590°C

TABLE 1.1 – Domaine de fusion et température maximale de brasage des principaux alliages assemblés par brasage fort [DEV 92]

1.2.1.2 Métal d’apport pour le brasage fort et rôle du flux

Les alliages utilisés en tant que métaux d’apports (aussi appelé placage dans la suite de ce manuscrit) appartiennent tous à la série 4XXX (Al-Si). Les caractéristiques et compositions des principaux alliages utilisés industriellement sont données par le tableau 1.2. Ils peuvent se retrouver sous des formes très variées tel que des fils, de la poudre, des feuilles minces ou plaqués sur le métal de base ce qui est le cas des radiateurs.

Alliage	Composition type (% m)	Domaine de fusion	Domaine de brasage	Utilisation
4343	Al - 7,5%Si	577 à 613°C	595 à 620°C	Avec flux
4045	Al - 10%Si	577 à 591°C	588 à 604°C	Avec flux
4047	Al - 12%Si	577 à 582°C	585 à 604°C	Avec flux
4145	Al - 10%Si - 4%Cu	521 à 585°C	571 à 604°C	Avec flux
4245	Al - 10%Si - 10%Zn- 4%Cu	516 à 560°C	549 à 571°C	Avec flux
4004	Al - 10%Si - 1,5%Mg	554 à 596°C	588 à 604°C	Sans flux
4104	Al - 10%Si - 1,5%Mg - Bi	554 à 596°C	588 à 604°C	Sans flux

TABLE 1.2 – Domaine de fusion et de brasage des principaux alliages d’apport pour le brasage fort [DEV 92]

Ces structures multi-couches sont obtenues par l’utilisation du procédé de co-laminage présenté figure 1.10. Plusieurs passes sont nécessaires afin d’obtenir l’épaisseur et les propriétés mécaniques voulues tout en respectant l’intégrité de la matière [DEN 10]. Le co-laminage peut se décomposer en trois phases distinctes :

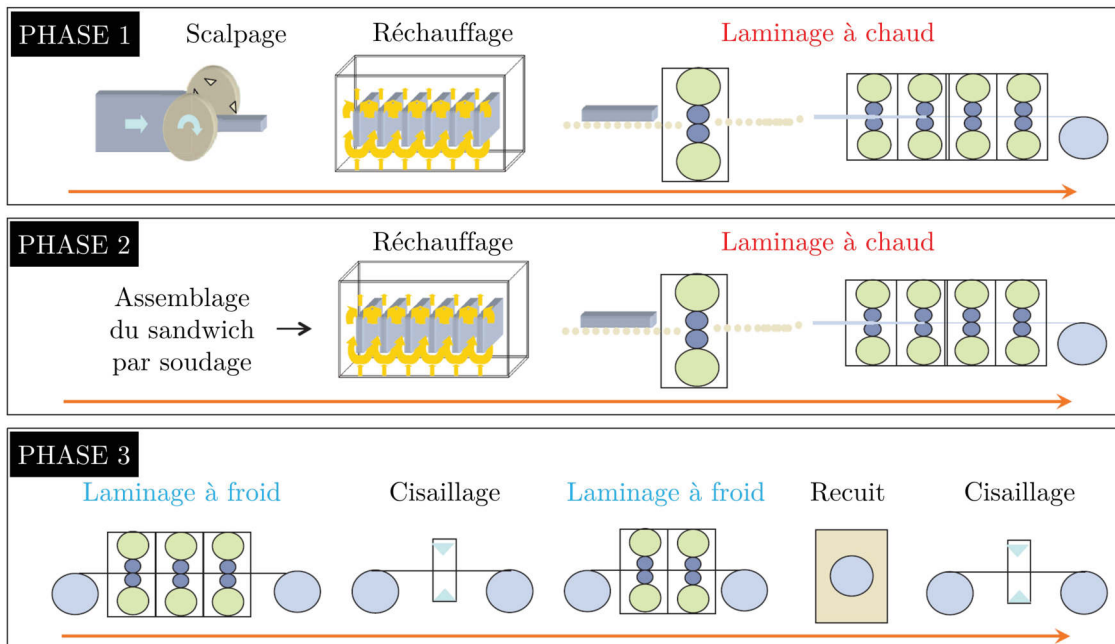


FIGURE 1.10 – Représentation schématique du procédé de co-laminage des matériaux multicouche utilisés dans les échangeurs thermiques [BUT 12]

- **Phase 1** : Dans un premier temps les alliages sont réchauffés dans le but de les amener à la température de laminage et de relâcher les contraintes résiduelles. Puis dans un second temps, les matériaux constitutifs du futur sandwich sont laminés à chaud jusqu'aux épaisseurs finales souhaitées, fonctions du ratio entre les épaisseurs de l'alliage d'âme et de ou des placages.
- **Phase 2** : Les différents lingots sont assemblés par soudage par point sous forme d'un sandwich en fonction de la structure souhaitée puis laminés à chaud jusqu'à une épaisseur finale.
- **Phase 3** : Réduction de l'épaisseur par laminage à froid jusqu'à la valeur voulue. La matière est ensuite cisailée à la largeur souhaitée et enroulée sous forme de bobine. Pour finir, un traitement thermique de restauration est réalisé afin de rétablir les propriétés mécaniques de la matière et d'atteindre un état métallurgique H24. Cet état permettant une mise en forme idéale dans le cas des tubes de radiateurs de refroidissement.

Ce sont généralement les alliages 4343 et 4045 qui sont plaqués par co-laminage à un alliage de la série 3XXX pour la confection des radiateurs de refroidissement. Ils sont moins sensibles à la corrosion que les alliages 4145 et 4245 utilisant du cuivre et du zinc (ces deux éléments abaissant le potentiel de corrosion de l'alliage) et sont compatibles avec un brasage sous atmosphère contrôlée avec flux non corrosif. Comme le montre le tableau 1.2, différents types de procédés vont être distingués suivant l'utilisation de flux ou non.

Dans le paragraphe 1.1.4.1 il a été expliqué qu'une couche d'oxyde se forme naturellement et instantanément à la surface de l'aluminium lorsque celui-ci est exposé à un milieu oxydant

(comme par exemple l’air ou l’eau). Cette couche d’alumine possédant une très haute température de fusion (supérieure à 2000°C) ne fond pas durant le brasage et empêche le placage de mouiller la surface solide. Il est donc absolument nécessaire de la retirer, ce qui peut être fait grâce à l’utilisation de flux.

Le flux est un composé chimique que l’on vient ajouter à la surface des pièces à assembler avant le brasage. Celui-ci doit avoir une température de fusion inférieure à la température de brasage afin de rester liquide tant que le métal d’apport n’est pas resolidifié. En venant mouiller la surface des pièces à assembler, le flux vient casser la couche d’alumine selon la relation 1.1 [SIC 96]. Il permet alors au métal d’apport de s’écouler et prévient l’oxydation du joint de brasage en formation.



Les flux actuellement utilisés sont essentiellement à base de chlorures et de fluorures alcalins et alcalino-terreux, ils peuvent également contenir de la cryolite ($3NaF, AlF_3$) et des chlorures de Sb, Cd, Cr, Co, Cu, Fe ... Le chlore favorisant grandement la corrosion par piqûre de l’aluminium, les flux contenant cet élément doivent être rigoureusement nettoyés. A ces frais de nettoyage s’ajoute le coût des installations et du flux lui-même assez onéreux.

Pour ces raisons, et surtout devant le coût du remplacement des installations, certains industriels ont fait le choix de ne pas utiliser de flux. Historiquement, c’est tout d’abord le brasage sous vide, ne demandant pas de flux, qui a été développé [MIL 69]. Bien que nécessitant un four coûteux, ce procédé est encore utilisé notamment pour les échangeurs pour lesquels la présence de résidus de flux est proscrit. Ce procédé présente le grand avantage d’être compatible avec le brasage de matières contenant une concentration en magnésium importante (supérieure à 1 %). La présence de magnésium est même primordiale car en diffusant à la surface il s’évapore et vient casser la couche d’alumine qui recouvre les pièces à assembler permettant au placage de mouiller la surface [WIN 76]. De plus, la vapeur de magnésium générée a aussi l’avantage de purger l’atmosphère du four des traces résiduelles d’oxygène et de vapeur d’eau [ISH 91].

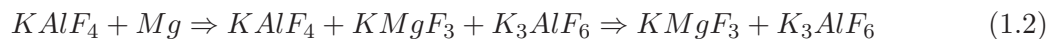
Différents procédés de brasage peuvent ainsi être utilisés et sont référencés dans la littérature [DEV 92]. Dans le cadre de cette étude, c’est le procédé de brasage sous atmosphère contrôlée avec flux non corrosif de type Nocolok[®] développé par la société Alcan qui est utilisé.

1.2.2 Le brasage Nocolok[®]

Développé dès la fin des années 1970 par la société Alcan [COO 78], le brasage Nocolok[®] a progressivement supplanté le brasage sous-vide [MIL 00]. Ce procédé présente l’avantage de pouvoir être utilisé en continu, contrairement au brasage sous vide, et à plus faible coût [FOR 85, LIU 96]. Il consiste à effectuer un brasage dans une atmosphère d’azote à bas point de rosée ($-40 \pm 10^\circ\text{C}$), à la pression atmosphérique, en utilisant un flux non corrosif (ne nécessitant pas de rinçage) de type KAIF composé d’un mélange optimisé de $KAIF_4$ (environ 75 %) et de K_2AlF_5 [YAM 93]. Ce mélange est déposé à la surface des échangeurs le plus souvent en solution aqueuse (5 à 10% de flux dans l’eau) par immersion ou aspersion. Le flux reste inactif en dessous de 560°C et devient actif (en se liquéfiant) à la température de brasage. Les travaux de Lauzon

et al. et de Wallis *et al.* décrivent les différentes transformations de phase du composé K_2AlF_5 lors de la montée en température pour le rendre actif [WAL 90, LAU 02]. C'est ce composé qui en se transformant en K_3AlF_6 va réagir avec $KAlF_4$ et liquéfier le mélange à une température proche de 570°C permettant ainsi de retirer la couche d'oxyde en surface avant que le métal d'apport ne fonde. A la fin du brasage, après la resolidification du métal d'apport, le flux se resolidifie aussi. Les phases en présence sont supposées être $KAlF_4$ et K_3AlF_6 [LAU 02]. $KAlF_4$ se présente alors sous forme de plaquettes incolores à la surface des pièces assemblées et K_3AlF_6 sous forme d'un composé incolore [MAC 92, GRA 02]. Les travaux portant sur le devenir de ces résidus se consacrent aux interactions avec le liquide de refroidissement pouvant entraîner des phénomènes de corrosion [JEF 07, YAN 06]. L'impact des résidus de flux sur la tenue mécanique n'a à notre connaissance jamais été étudié.

Le brasage Nocolok[®] présente donc de nombreux avantages : flux non corrosif, pas de rinçage, faible consommation de flux et brasage en continu. Une de ses principales limitations tient à l'incapacité de braser des matières contenant plus de 0.3% de Mg [TAK 93, BOL 97]. D'après Yamaguchi *et al.* cette restriction serait due à la réaction du magnésium (diffusant vers la surface) avec $KAlF_4$ selon la réaction 1.2 [YAM 93].



En plus de consommer $KAlF_4$ qui de ce fait n'est plus disponible pour réagir avec la couche d'alumine, le composé formé, $KMgF_3$, a une température de fusion de 1070°C empêchant alors le bon écoulement du métal d'apport. Afin d'éviter cette réaction, des flux spéciaux contenant du césium ont été développés. Ceux-ci permettent le brasage de matière avec une concentration de magnésium pouvant aller jusqu'à 0.5% [GAR 01]. Une autre stratégie consiste à empêcher le magnésium de diffuser jusqu'à la surface en fabricant par co-laminage des tôles non pas tri-couches mais en comportant 4 ou 5. Les couches supplémentaires jouent alors le rôle de barrière à la diffusion du magnésium [KIL 03, BEN 06].

D'un point de vue industriel, le brasage est effectué en plusieurs étapes :

- 1) **Assemblage des composants** - Les tubes, collecteurs et intercalaires sont disposés dans un cadre aussi appelé chaise. Cette chaise permet la mise en contact des composants avant le brasage, un système de ressort permet d'éviter la formation de jeux lorsque le métal d'apport fond. Cette étape est primordiale car c'est grâce à elle que les joints de brasage vont pouvoir se former.
- 2) **Dégraissage** - Cette étape consiste à enlever les huiles de lubrification utilisées lors de la mise en forme des composants. En effet, les huiles peuvent gêner la formation des joints de brasage et favoriser l'apparition de corrosion après brasage. Le dégraissage se fait principalement par un traitement thermique à une température de l'ordre de 300°C .
- 3) **Application du flux** - Celle-ci se fait principalement par immersion ou aspersion d'une solution aqueuse contenant 5 à 10% de flux. Dans certain cas, des composants peuvent être pré-fluxés avant leur assemblage.
- 4) **Séchage** - Cette étape, effectuée à environ 350°C , permet d'évaporer l'eau et de réaliser les premières transformations du flux afin qu'il devienne réactif et puisse retirer la couche

d'oxyde durant le brasage.

- 5) **Brasage** - Effectué autour de 600°C pendant 5 à 10 minutes, c'est durant cette étape que le métal d'apport va fondre et va pouvoir former les différents joints de brasage par capillarité. Un exemple de cycle de brasage est donné dans le paragraphe 2.1.3.
- 6) **Refroidissement** - Afin de solidifier les joints de brasage, l'échangeur passe dans une partie du four appelé "waterjacket" ou un refroidissement de l'ordre de 60-70°C/min est effectué.

A noter qu'une fois brasé, d'autres étapes peuvent intervenir avant la livraison de l'échangeur comme par exemple un traitement de surface, un nettoyage, l'application d'un revêtement ou l'ajout d'autres éléments par soudage, brasage.

La figure 1.11 illustre la formation d'un joint de brasage entre un tube et un intercalaire. Avant brasage, (figure 1.11.a) la structure co-laminée du tube est clairement visible, le métal d'apport apparaît en blanc et le métal de base en brun. L'intercalaire est mis en contact mécaniquement avec le tube afin de permettre la formation du joint de brasage. La figure 1.11.b montre cette même structure après brasage : le joint s'est formé assemblant de façon continue le tube et l'intercalaire.

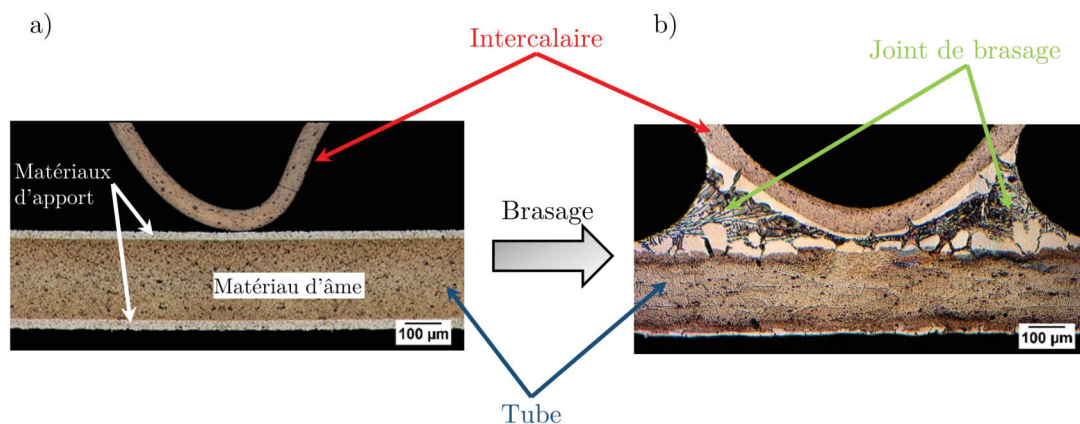


FIGURE 1.11 – Micrographies optiques après attaque Keller montrant la formation d'un joint de brasage entre un tube et intercalaire a) avant brasage et b) après brasage

Comme il a déjà été évoqué, ce sont principalement les alliages de la série 3000 colaminés avec un placage 4045 ou 4343 qui sont utilisés pour la confection des radiateurs de refroidissement. La suite de ce chapitre s'intéresse aux évolutions microstructurale au cours du brasage de ce type d'alliages.

Afin de pouvoir être mis en forme après les opérations de laminage, les matières utilisées pour la fabrication des tubes subissent un traitement thermique de restauration et sont livrées à l'état H24 ce qui correspond à un état écroui demi-dur recuit. Le procédé de brasage entraîne de profonds changements microstructuraux. Les observations optiques effectuées par Buteri *et al.* avant et après brasage, figure 1.13, l'illustrent [BUT 12]. Celles-ci ont été réalisées par oxydation anodique (figure 1.13.a et.b) et attaque au réactif de Keller (figure 1.13.c et.d) sur une matière (4045 / 3916 /4045)³.

1.2.3 Microstructure des alliages d'aluminium avant brasage

1.2.3.1 Microstructure du placage

L'alliage 4045 se présente à la surface du métal de base sous forme de petits grains relativement équiaxes. Il est constitué d'une matrice d'aluminium contenant de nombreuses particules de silicium globulaires (figure 1.12). Selon Marshall *et al.* et Yoon *et al.* cette structure en globule serait due à la coalescence des aiguilles de silicium (résultant de la solidification de l'eutectique Al-Si) durant les différentes étapes de fabrication de la tôle plaquée [YOO 01, MAR 93]. Par ailleurs, la présence en très faible quantité de fer dans le métal d'apport (très peu soluble) peut donner lieu à la formation de petits précipités de type $Al_3Fe(Si)$, $\alpha-AlFeSi$ et $\beta-AlFeSi$ [PHI 61].

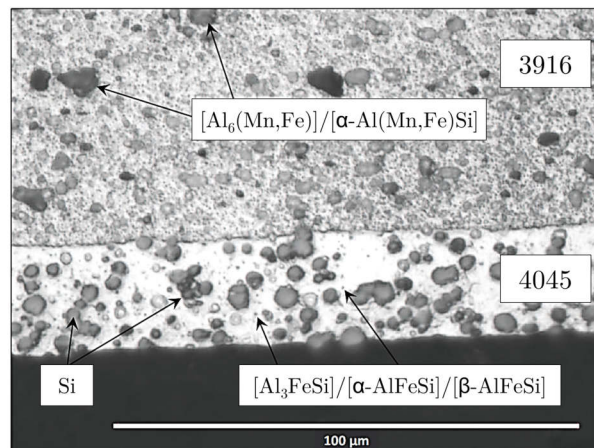


FIGURE 1.12 – Micrographie optique après attaque au réactif de Keller des placages 4045 et 3916 avant brasage montrant les différentes phases en présence [BUT 12]

1.2.3.2 Microstructure de l'âme

L'alliage 3916 est un alliage 3XXX comportant du cuivre. La microstructure étudiée par A. Butéri, se présente sous forme de grains allongés dans le sens du laminage et très fins (entre 2 et $8\mu\text{m}$), figure 1.13.a et c. Une recristallisation se produisant durant le laminage à chaud, ce

3. Cette notation fait référence à une matière ayant une âme en 3916 plaquée sur chacune de ses faces avec un alliage 4045

sont essentiellement les étapes de laminage à froid (réduction d’épaisseur de l’ordre de 91 %) qui expliquent cette structure [BUT 12].

Les phénomènes de précipitations dans ce type d’alliage 3XXX ont principalement été étudiés pour l’alliage AA3003. Celui-ci a une composition en manganèse similaire à celle du 3916 (entre 1,0% et 1,5%) [ASM 90] mais présente une plus faible concentration en cuivre : [0.05%-0.2%] contre [0.5%-0.8%] pour le 3916 (voir les compositions chimiques tableau 2.1). Le fer et le manganèse ont une faible limite de solubilité dans l’aluminium : 0,052% pour un alliage binaire Fe-Al et 1,82 % pour un alliage binaire Mn-Al [HAT 84]. Étant donné les faibles valeurs de solubilité du manganèse dans la solution solide Al-Mn, celui-ci se trouve principalement dans des dispersoïdes et des composés intermétalliques. Différents auteurs ont décrit la microstructure des alliages 3XXX (essentiellement le AA3003) comme étant composée principalement d’une solution solide d’aluminium sursaturé en manganèse, de dispersoïdes de type $\alpha\text{-Al}(\text{Mn},\text{Fe})\text{Si}$ et de précipités de types $\text{Al}_6(\text{Mn},\text{Fe})$ [LI 03b, DEH 04, HAT 84]. Selon Li *et al.* ainsi que Alexander *et al.* ces derniers subissent une transformation eutectoïde partielle lors des traitements thermiques de restauration transformant $\text{Al}_6(\text{Mn},\text{Fe})$ en $\alpha\text{-Al}(\text{Mn},\text{Fe})\text{Si}$ [LI 03a, ALE 02a].

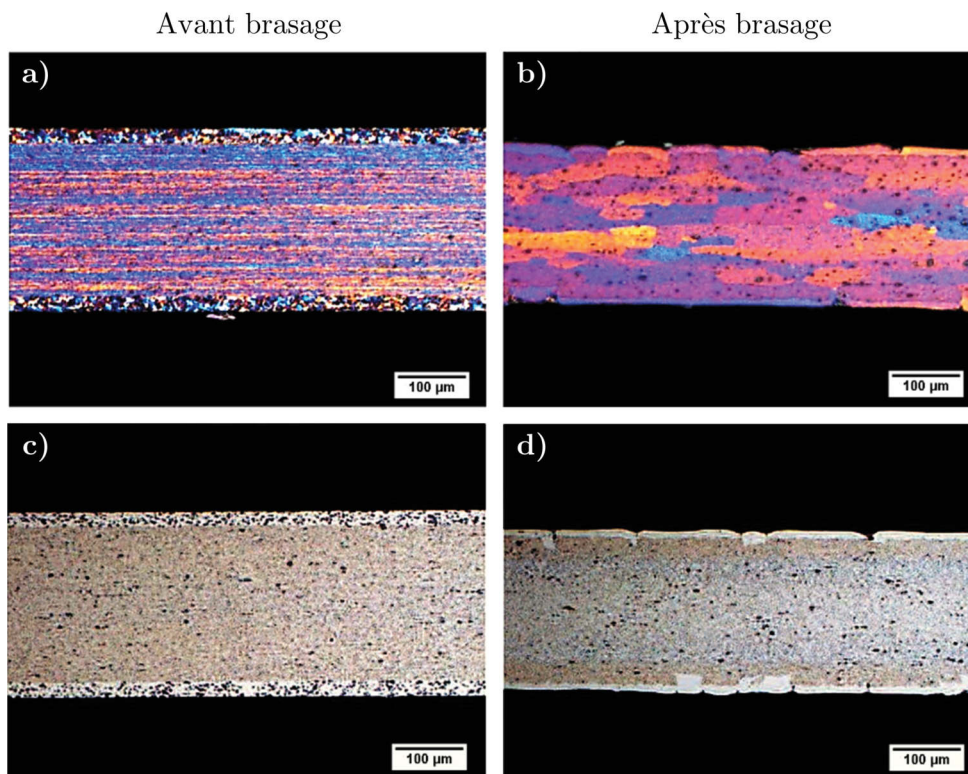


FIGURE 1.13 – Micrographies optiques après oxydation anodique et attaque au réactif de Keller d’un alliage d’âme 3916 plaqué sur les deux faces avec un alliage AA4045, a) et c) avant brasage et b) et d) après brasage. [BUT 12]

1.2.4 Microstructure des alliages d'aluminium après brasage

1.2.4.1 Recristallisation et précipitation dans l'âme

La microstructure résultante du brasage est donnée figure 1.13.b et d. Une recristallisation totale de la matière d'âme a lieu. Les nouveaux grains ainsi formés sont plus gros qu'avant brasage, avec une taille moyenne de l'ordre de $20\ \mu\text{m}$, soit moins d'une dizaine de grains dans l'épaisseur de la tôle, et une taille moyenne de l'ordre de $100\text{-}300\ \mu\text{m}$ dans le sens du laminage. L'impact de ce faible nombre de grains dans l'épaisseur sur les propriétés de tenue à la fatigue fera l'objet du chapitre 1.3.3. Même après la recristallisation, les grains gardent une texture, ils sont allongés dans le sens du laminage et ont une forme en "pancakes". Cette forme est recherchée et développée dans le cadre des alliages dit "Long-Life" (enrichie en cuivre) dans un souci de résistance à la corrosion (en favorisant la latéralisation de la corrosion) [MAR 94].

Ces alliages "Long-Life", s'appuient également sur la formation, lors du brasage, d'une zone sacrificielle appelée "brown band" ou BDP (Band of Dense Precipitates), voir figure 1.14a. Cette zone située juste sous l'interface entre le placage résiduel et l'âme est largement décrite dans la littérature [MAR 93, ALE 04, LAC 05, TIE 05]. Sa formation résulte de la diffusion du silicium contenu dans le 4045 vers l'alliage d'âme (moins riche en Si). Cette diffusion entraîne une baisse de la solubilité du manganèse en solution solide dans l'âme induisant un phénomène de précipitation [MAR 93]. Ces précipités (ou dispersoïdes) sont de petite taille (figure 1.14b), de l'ordre de $30\ \text{à}\ 100\ \text{nm}$ [FOR 89], majoritairement composés d'aluminium, de manganèse, de silicium et de trace de fer et se présentent sous la forme cubique $\alpha\text{-AlMnSi}$. Benedictus *et al.* ont par ailleurs montré que pour des alliages de la série 3XXX contenant du cuivre ou du magnésium les phases Mg_2Si et $\tau\text{-AlCuMn}$ précipitent également [BEN 98]. Selon les cycles de brasage appliqués Marshall *et al.* ont montré que le silicium diffuse sur une profondeur comprise entre $40\ \text{et}\ 70\ \mu\text{m}$ [MAR 93]. Cette profondeur de diffusion a été évaluée en fonction du temps de brasage, de la température et des coefficients de diffusion par Sigli *et al.* [SIG 98]. Dans le cas d'un alliage AA3005 plaqué avec un alliage AA4045, la largeur de la BDP a été estimée à $100\ \mu\text{m}$ pour un brasage à 595°C pendant 5 min. A cause de cette précipitation, la solution solide Al-Mn de la BDP voit sa concentration en manganèse réduite diminuant ainsi le potentiel de corrosion de cette zone ce qui favorise la latéralisation de la corrosion dans la BDP [TIE 07]. Le rôle de ces précipités sur les propriétés mécaniques est abordé dans le paragraphe 1.3.4.

Par ailleurs, après brasage, des précipités primaires $Al_6(Mn,Fe)$ sont encore présents dans l'âme bien que leur concentration ait diminué. D'après les travaux d'Alexander *et al.*, de Li *et al.* mais aussi de Warmuzek *et al.* la transformation des phases $Al_6(Mn,Fe)$ en intermétalliques $\alpha\text{-Al}(Mn,Fe)Si$ a eu lieu [ALE 02b, LI 03a, WAR 04].

Concernant la microstructure de l'alliage 4045 après sa re-solidification deux zones distinctes pourront être décrites : les joints de brasages et les "zones planes" loin de ces joints.

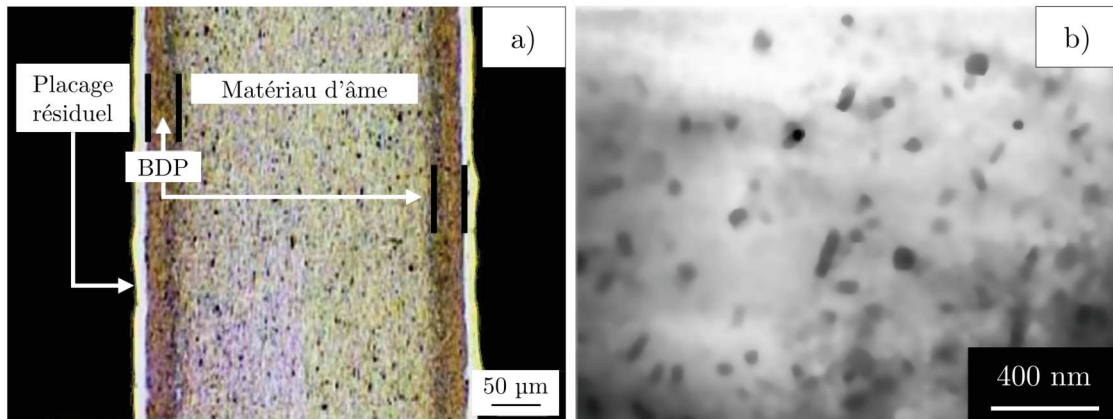


FIGURE 1.14 – Tôle après brasage constituée d'un alliage d'âme 3003 modifié (enrichi en cuivre) plaqué sur les deux faces avec un alliage AA4343. a) Micrographies optiques après attaque au réactif de Keller. La BDP apparaît en marron et le placage résiduel en blanc. b) Micrographie obtenue au MET dans la zone de la BDP montrant les dispersoïdes [TIE 06]

1.2.4.2 Microstructure résultant de la resolidification du métal fondu

Formation et structure du joint de brasage :

Durant le brasage, l'alliage 4XXX passe à l'état liquide et forme par capillarité les différents joints de brasage entre les composants en contact. La formation du joint dépendra alors de la température de brasage, de la distance entre les composants à assembler, de leur géométrie, du volume de métal d'apport disponible mais aussi de l'orientation de l'échangeur durant le brasage (la gravité jouant un rôle dans la répartition du métal fondu) [SEK 01]. Lors du refroidissement, la microstructure du joint de brasage correspond à celle observée lors d'une solidification de l'eutectique Al-Si. Cette structure est observée quel que soit le type de joint de brasage (tube/collecteur, tube/intercalaire...). Un exemple de joint de brasage entre un tube et un collecteur est donné figure 1.15.

Différents auteurs se sont attachés à la description microstructurale du joint de brasage. Ainsi Sekulic *et al.* se sont intéressés à l'observation puis à la modélisation de la solidification des placages dans le cas d'un alliage d'âme de type 3003 et d'un placage de type 4343 et tout particulièrement à la morphologie des dendrites en fonction des paramètres de brasage [SEK 05a, SEK 05b]. Les auteurs ont ainsi montré que, lors de la solidification, il y a d'abord formation des dendrites de solution solide d'aluminium suivie par le dépôt d'un agrégat eutectique $Al-Si$ caractérisé par la présence de lamelles de silicium. Dehmas *et al.*, ainsi que Tierce *et al.*, ont décrit les intermétalliques également présents dans le joint de brasage [DEH 05, TIE 05]. Ces intermétalliques se présentent sous la forme d'aiguilles de $\alpha-Al(Mn,Fe)Si$ mais aussi sous des formes plus complexes appelées "Chinese Script" toujours de type $\alpha-Al(Mn,Fe)Si$. Le manganèse et le fer présents dans le joint de brasage proviennent d'un phénomène de dissolution partielle de l'âme pendant le brasage.

D'autres auteurs ont étudié la formation et notamment la forme du joint de brasage [SEK 01, ZEL 01]. Différents modèles ont été établis en se basant sur la minimisation de l'énergie po-

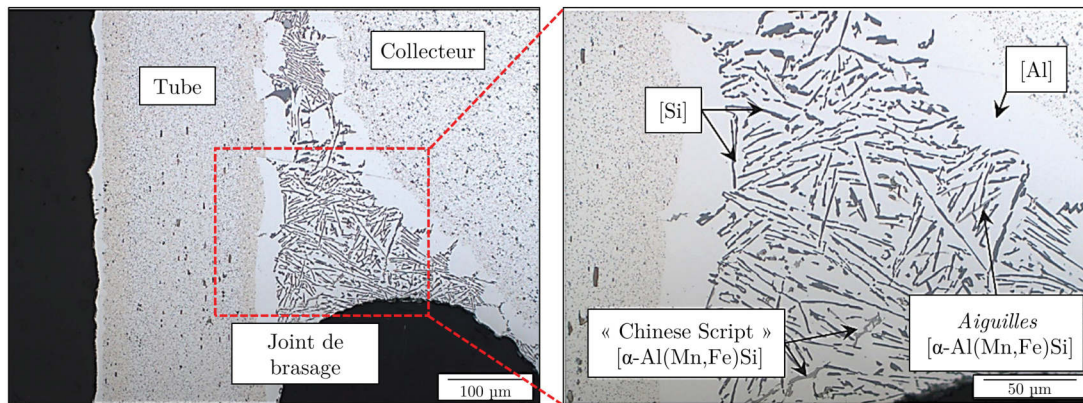


FIGURE 1.15 – Micrographie optique après une attaque au réactif de Keller montrant un joint de brasage (alliage 4045) entre un tube et un collecteur [BUT 12]

tentielle et ont été corrélés avec des données expérimentales. Les auteurs ont montré que la répartition de l'alliage fondu est essentiellement dictée par le mouillage du matériau d'âme. Le liquide s'accumule au point de contact entre les différentes pièces et le joint formé a bien une forme concave. En prenant en compte la formation d'un film de placage résiduel à la surface des tubes loin des joints de brasage, Zellmer *et al.* ont réussi à améliorer leur modèle [ZEL 01]. Gao *et al.* ont corrélé l'épaisseur de ce placage résiduel à la formation des joints de brasage par application du principe de conservation des masses et de la mesure de l'épaisseur du placage résiduel [GAO 03]. La description de cette couche fait l'objet du paragraphe suivant.

Microstructure de l'alliage AA4045 hors des joints de brasage

L'alliage 4045, qui n'a pas migré aux joints de brasage, forme un film mince de placage résiduel sur l'ensemble des surfaces planes. La figure 1.16 donne la structure de ce film. Vu de la surface, figure 1.16.a, le film est composé de larges grains d'aluminium dont la taille varie de $100\ \mu\text{m}$ à 1mm séparés par des régions apparaissant en noir. D'après Tierce *et al.* ces régions appelées "vallées" correspondent aux joints de grains du placage resolidifié [TIE 06]. La structure de celles-ci vue en coupe, figure 1.16.b, suggère que la resolidification a débuté avec la formation des grains d'aluminium et que la contraction du volume a laissé un espace entre les grains. Espace de plus en plus important au fur et à mesure de la croissance des grains d'où le nom de "vallées". A la fin du processus, les phases résultantes de la solidification du métal liquide restant s'y sont déposées. Les grains sont constitués d'une solution solide d'aluminium et les vallées sont composées en plus de l'aluminium, d'aiguilles de silicium et de précipités contenant les éléments Al-Mn-Fe-Si. Des précipités de même composition sont également observés à la surface du placage resolidifié au milieu des grains suggérant pour les auteurs que ceux-ci se sont formés au début du processus de solidification et ont été repoussés vers la surface avec la croissance des grains d'aluminium.

Toujours dans cette étude, Tierce *et al.* ont décrit la nature de ces précipités et les détails du chemin de solidification emprunté. Par des mesures obtenues en spectroscopie dispersive de

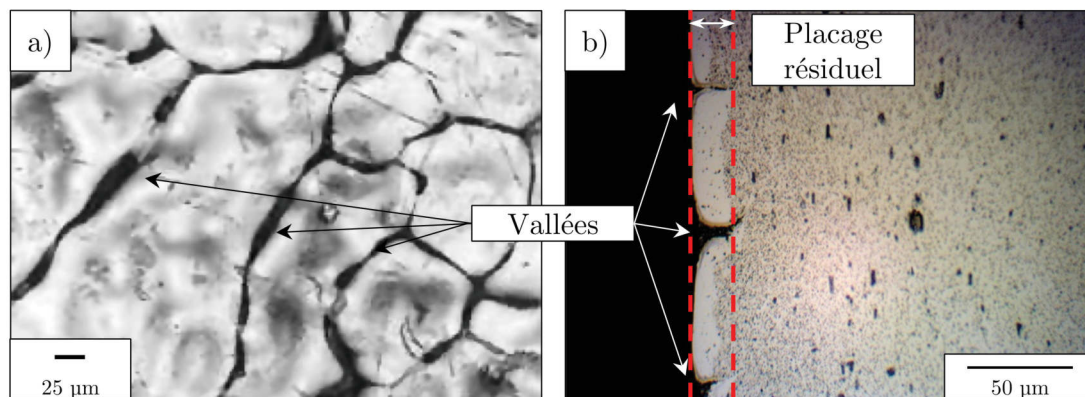


FIGURE 1.16 – Micrographies optiques de la couche de placage résiduel. a) Surface du placage résiduel montrant la structure hétérogène du placage resolidifié [TIE 06]. b) Vue en coupe après attaque Keller, le placage résiduel apparaît en blanc, les vallées correspondent aux joints de grains

rayons X, les auteurs ont montré que les différents précipités contenant les éléments Al-Mn-Fe-Si rencontrés dans le placage résiduel mais aussi dans les joints de brasages ont une structure cristallographique cubique de type $\alpha\text{-Al}(\text{Mn},\text{Fe})\text{Si}$ avec différents taux de substitution entre le manganèse et de fer. A noter qu’en plus de ces précipités de type $\alpha\text{-Al}(\text{Mn},\text{Fe})\text{Si}$, des intermétalliques de types $\delta\text{-AlFeSi}$ ont été identifiés [KRA 05, DEH 06]. Bien que non prévue par le diagramme de phase ternaire Al-Si-Mn, les auteurs supposent que cette phase est stabilisée dans le diagramme quaternaire Al-Mn-Fe-Si.

La nature des phases étant établie, la séquence de resolidification du placage fondu a pu être déterminée par calculs thermodynamiques utilisant la méthode Calphad. A l’aide du logiciel Thermocalc, Lacaze *et al.* ont déterminé la séquence de re-solidification dans le joint de brasage et dans le placage résiduel [LAC 05]. En prenant en compte les variations de composition en manganèse entre ces deux régions, notamment dues aux phénomènes de dissolution de l’âme au niveau du joint de brasage, ils ont pu déterminer les séquences suivantes :

- Dans le joint de brasage : (Al), (Al) + $\alpha\text{-Al}(\text{Mn},\text{Fe})\text{Si}$, (Al) + Si + $\alpha\text{-Al}(\text{Mn},\text{Fe})\text{Si}$
- Dans le placage résiduel : (Al), (Al) + Si, (Al) + Si + $\alpha\text{-Al}(\text{Mn},\text{Fe})\text{Si}$

Le film de placage résiduel ainsi formé peut ne pas être complètement uniforme. Buteri *et al.* ont observé la formation de Gouttes de Placage Résiduel (GPR) lors du brasage d’éprouvettes de 3916 plaquées avec un alliage 4045 [BUT 12]. Pour les auteurs, la formation de ces gouttes serait due à la non-utilisation du placage liquide dans la création de joint de brasages. Les mécanismes à l’origine de la formation de ces gouttes seront discutés chapitre 5. D’un point de vue microstructural, les auteurs ont montré que les GPR ont une structure similaire à celle observée lors d’une solidification eutectique Al-Si. Une analyse plus fine par EPMA leur a permis d’identifier les phases en présence, figure 1.17.a-f. En plus d’aiguilles de silicium eutectique, des intermétalliques de type Al-Mn-Fe-Si ont été observés ceux-ci se trouvant sous la forme d’aiguilles

de type $Al_9Si_3(Fe, Mn)_2$ et de "Chinese Script" de type $Al_{12}(Fe, Mn)_3Si$ contenant tout deux du cuivre en concentration atomique inférieure à 1 % comme le montre la figure 1.17.f. Cette présence au niveau des GPR est expliquée par la concentration en cuivre de l'alliage 3916 et par l'important coefficient de diffusion du cuivre dans l'aluminium. Durant le procédé de brasage, celui-ci migre de l'alliage 3916 vers l'alliage 4045 laissant une zone appauvrie en cuivre au niveau de l'interface. Au final il apparaît que les GPR observées sur éprouvettes brasées possèdent une microstructure analogue à celle des joints de brasage et sont, de plus, représentatives des tubes des échangeurs thermiques dans la mesure où de telles gouttes peuvent être observées à la surface des tubes brasés. Ces gouttes formant des hétérogénéités microstructurales, les auteurs se sont par la suite intéressés à l'impact des GPR sur la tenue en fatigue, les résultats de cette étude seront abordés dans le paragraphe 1.3.4.

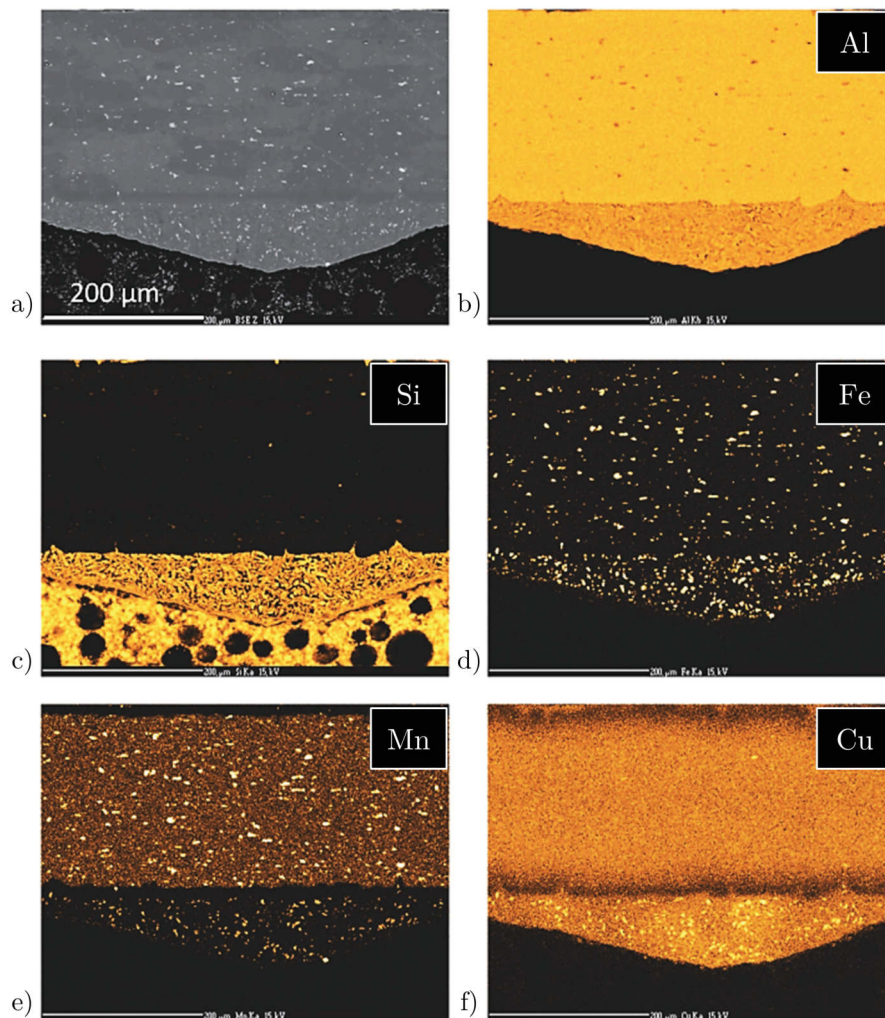


FIGURE 1.17 – GPR présente à la surface d'un tube - a) Micrographie MEB (BSE) de la zone d'étude - Cartographies EPMA des éléments b) Al, c) Si, d) Fe, e) Mn et f) Cu. [BUT 12]

1.2.4.3 Interaction entre le métal fondu et l’âme

Du fait de son passage à l’état liquide durant l’étape de brasage, des interactions se produisent entre l’alliage 4XXX liquide et l’âme en 3XXX encore à l’état solide. Dans la littérature, ces interactions sont au nombre de trois :

- **Dissolution** : Le métal d’apport à l’état liquide dissout de façon statique le métal de base à l’état solide avec lequel il est en contact. Plus la température et le temps de brasage seront élevés et plus la dissolution sera importante impliquant après solidification une structure dendritique de la zone affectée.
- **Erosion** : Écoulement du métal d’apport à l’état liquide sur la surface entraînant une dissolution rapide de l’alliage de base à l’état liquide sur lequel il s’écoule. La force motrice de cet écoulement peut être la gravité ou une différence de tension de surface.
- **Migration de film Liquide (MFL)** : Réaction statique pendant laquelle une structure solide est consommée par un front liquide en mouvement (et non pas en convection) qui diminue l’énergie libre du système et laisse derrière lui un solide avec une composition différente. Contrairement à la dissolution, aucune structure dendritique n’est observée.

Plusieurs auteurs se sont intéressés aux phénomènes se produisant à l’interface entre le métal d’apport à l’état liquide et le métal de base solide. Nylen *et al* ont ainsi montré qu’une dissolution partielle du matériau d’âme se produit aux points d’accumulation du métal liquide [NYL 96]. La pénétration étant alors contrôlée par le taux d’écrouissage du matériau d’âme, son point de fusion et la durée du cycle de brasage. Après avoir mouillé l’ensemble des surfaces libres du matériau d’âme, le métal fondu se dirige préférentiellement vers les points de contacts entre les pièces à assembler. Le liquide pénètre alors dans le matériau d’âme via son réseau de joint de grains. La diffusion du silicium du liquide vers l’âme entraîne une diminution locale du point de fusion de l’alliage de base et ainsi sa dissolution [SCH 83].

Kim *et al* ont travaillé sur l’évolution de la microstructure en fonction du taux de réduction d’épaisseur durant l’étape de laminage à froid [KIM 15]. Pour cela, ils ont appliqué à un 3003 plaqué sur les deux faces avec un alliage 4045 trois réductions d’épaisseur différente. Ces échantillons ont été brasés à l’aide d’une DSC (Calorimètre Différentiel à Balayage) et la microstructure obtenue analysée par EBSD. Il ressort de cette étude que la profondeur de dissolution est proportionnelle au degré de déformation plastique de l’âme. Ainsi pour les échantillons ayant le taux de réduction d’épaisseur le plus important la dissolution de l’âme est limitée. Les grains du placage semblent croître de façon épitaxiale depuis l’âme lors du refroidissement. A l’inverse, une dissolution importante des échantillons présentant un faible taux de déformation est observée ainsi qu’une microstructure qui n’a pas crû de façon épitaxiale. Deux mécanismes de recristallisation du placage fondu existent donc, tout deux contrôlés par le taux de déformation et pouvant entraîner dans un cas une dissolution de l’âme. Plusieurs limites pourront être apportées à cette étude. Tout d’abord les auteurs ont réalisé des cycles de brasage avec un temps de maintien long de l’ordre de 30 min contre 5 à 10 min pour le brasage d’un échangeur. Or un temps de maintien élevé entraîne une plus grande diffusion du silicium et va favoriser les phénomènes de dissolution [NAY 02]. De plus, les échantillons utilisés ont une microstructure différente de celle rencontrée sur un échangeur : ils présentent de gros grains, certainement à cause d’une recristallisation durant l’étape de restauration intermédiaire. Ce point est important

car il a été montré d'une part que l'étape de restauration intermédiaire a une très forte influence sur la microstructure obtenue après brasage [YOO 01] et d'autre part qu'une compétition peut avoir lieu entre recristallisation et la MFL durant le brasage [WIT 09].

L'occurrence de la MFL dans le cas des alliages d'aluminium brasés est un sujet soumis à controverse. Certains auteurs ont en effet relié les phénomènes de dissolution observés pendant le brasage à de la MFL [WOO 97, YAN 97, NYL 00, WIT 06]. Même si il n'y a pas de preuve directe de la MFL [WIT 09] c'est ce nom qui a été donné au procédé responsable des changements observés. La MFL se produit dans de nombreux alliages sous l'effet de l'augmentation de la température comme par exemple dans les systèmes *Al-2.07%*m* Cu* [KUO 91] ou *Mo-Ni-(Co-Sn)* [RHE 87]. Rhee *et al.* montrent que le processus de diffusion crée un gradient de déformation cohérente qui incite les films liquides formés à migrer vers les zones de plus hautes énergies [RHE 87]. Pour de plus amples informations sur les mécanismes à l'œuvre durant la MFL on pourra se reporter à l'article de Yoon *et al.* très détaillé à ce sujet [YOO 95].

Woods et Yang ont travaillé sur des alliages d'aluminium brasés de type 3003 plaqués avec un alliage de type 4147 [WOO 97, YAN 97]. La dissolution par la seule pénétration de liquide aux joints de grains ne pouvant expliquer les microstructures obtenues ainsi que l'importante dissolution observée, les auteurs ont relié ces phénomènes à la MFL. En réalisant des traitements thermiques à différents stades du cycle de brasage sur des éprouvettes présentant différents niveaux d'érouissage, ils ont mis en évidence que la MFL commence avant même que le placage ne fonde. Cette migration, pouvant atteindre $25\mu\text{m}$, s'accompagne de la formation par épitaxie de nouveaux grains ainsi que d'un grossissement des particules de silicium du fait de sa migration. A plus haute température, les auteurs ont également montré que la fusion du placage intervient au niveau de l'interface placage / âme. Ceci a été expliqué par la diffusion des différents éléments d'alliages à l'interface diminuant localement le point de fusion. Le liquide ainsi formé migre vers l'âme ce qui entraîne une importante modification de la composition du métal de base dans les zones traversées par le film. Cette redistribution des éléments a été mise en évidence par analyse microsonde. Dans la zone affectée, le manganèse, le magnésium, le cuivre et le fer sont collectés et poussés en avant par la migration du film liquide laissant derrière une zone appauvrie en ces éléments mais enrichie en silicium (solution solide *Al-Si* à environ 1.5%*m* Si). La MFL laisse donc derrière elle une région assez épaisse sans aucun précipité, séparée de l'âme par une bande d'intermétalliques dense de type α -*Al-(Mn,Fe)-Si* qui délimite la position finale du liquide. La figure 1.18 permet d'illustrer ce processus. L'état avant brasage est donné sur la micrographie optique figure 1.18.a tandis que la figure 1.18.b représente en guise de comparaison le cas après brasage où la MFL n'a pas eu lieu. La figure 1.18.c donne la microstructure obtenue dans le cas d'une MFL après brasage. Les zones blanches correspondent à la zone affectée et l'interface avec l'alliage d'âme est clairement délimitée par une bande dense de précipités. A noter que l'interface originelle entre le placage et l'âme peut être observée (apparaissant sous la forme d'une fine bande de dispersoïdes). Cependant, cette bande disparaît progressivement lorsque la MFL devient plus importante. Les auteurs supposent que la zone liquide devient assez volumineuse pour dissoudre l'ensemble des dispersoïdes.

Au final Woods et Yang montrent que la MFL a principalement lieu pour les alliages à l'état O et beaucoup moins dans le cas des états H. La MFL nécessite la combinaison d'un état O ainsi qu'un certain niveau d'érouissage et se produit durant le brasage pour les matériaux n'ayant pas

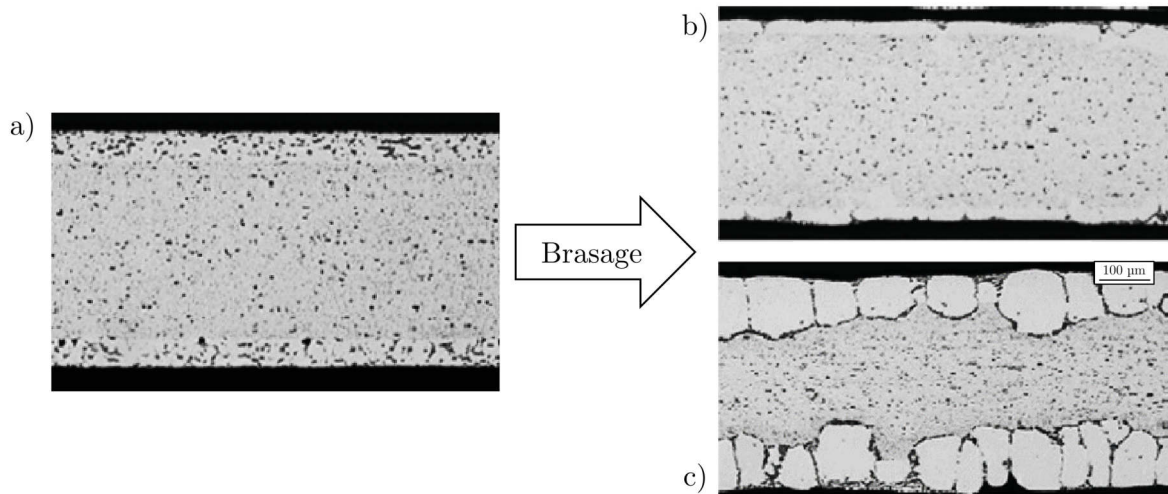


FIGURE 1.18 – Micrographies optiques montrant a) la matière avant brasage - b) la matière après brasage, dans le cas d’une faible interaction entre le placage et l’âme - c) la matière après brasage, dans le cas d’une très forte interaction entre le placage et l’âme [WIT 09]

entièrement recristallisé avant cette étape. Afin de mieux comprendre les mécanismes à l’œuvre, les auteurs ont proposé plusieurs forces motrices pour expliquer la MFL telles que l’énergie de déformation cohérente, la réduction de l’énergie d’interface particule/matrice et la réduction d’énergie pour les structures de dislocations restaurées (ou de joint de sous-grains) dans le cas de tôles brasées légèrement écrouies [YAN 97]. Les auteurs ne favorisant aucune de ces solutions, il faut se tourner vers les travaux de Wittebrood *et al.* pour avoir d’autres éléments de réponses [WIT 09].

Pour Wittebrood, la force motrice expliquant ce phénomène ne vient pas de l’énergie de déformation cohérente mais plutôt d’une déformation résiduelle sous forme de dislocations (ou d’une structure en sous-grains) apportant l’énergie nécessaire au mouvement du film liquide. Le mécanisme à l’origine de la MFL est considéré comme étant similaire au processus de recristallisation dans le sens où il est induit par une énergie stockée sous forme de dislocation. Plus précisément, les auteurs ont montré que la diminution de l’énergie de surface entre les grains par un film liquide permet au joint de bouger pour une densité plus basse en dislocation comparé au système non infiltré par une film liquide. Par ailleurs, le phénomène de recristallisation va lui aussi réduire la densité de dislocations disponibles enlevant du même coup la force motrice nécessaire à la MFL. Ainsi la MFL et la recristallisation sont toutes deux en compétition pour la même énergie. Si la recristallisation a lieu avant l’apparition de liquide alors il n’y aura pas de MFL.

Dans cette étude, les auteurs confirment les résultats de Woods et apportent quelques précisions sur les processus à l’œuvre durant la MFL (synthétisés figure 1.19). Selon Wittebrood *et al.* ces processus se déroulent simultanément :

1. Migration du film liquide
2. Dissolution en avant du film liquide
3. Re-solidification en arrière du film liquide
4. Transport de matière de l'avant à l'arrière du film liquide
5. Transport de liquide depuis le placage résiduel vers le film liquide
6. Diffusion depuis le film liquide vers l'âme
7. Diffusion depuis l'âme vers le film liquide

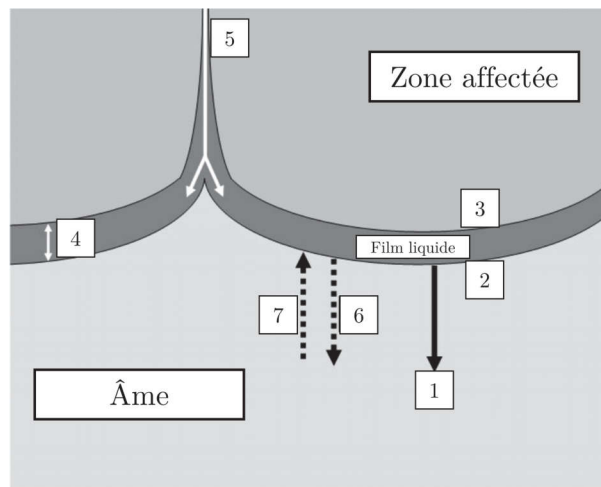


FIGURE 1.19 – Schéma montrant les différents processus se déroulant lors de la migration d'un film liquide [WIT 09]

Le brasage a donc une très forte influence sur la microstructure et la composition finale des matériaux. De nombreux phénomènes se produisent et vont venir changer les propriétés physiques du matériau que ce soit en terme de brasabilité, de tenue à la corrosion ou de tenue mécanique. La prochaine section s'attachera à décrire les propriétés mécaniques et de résistance à la fatigue des matières brasées.

1.3 Endommagement en fatigue

1.3.1 Généralités sur l'endommagement en fatigue

1.3.1.1 Définitions

La définition de la fatigue en science des matériaux donnée par Bathias *et al.* est une bonne entrée en la matière : "On entend par *fatigue ou endommagement par fatigue* la modification des propriétés des matériaux consécutive à l'application de cycles d'efforts dont la répétition peut conduire à la rupture." [BAT 08]

D'un point de vue historique, la fatigue des matériaux commence à être vraiment étudiée à partir du milieu du 19^{ième} siècle et les accidents de rupture d'essieux tel que celui du train pour

Versailles en 1842. Auguste Wöhler est un des premiers à entreprendre une étude systématique de ce mode d’endommagement. Il laissera son nom à la courbe d’endurance, connue également sous le nom de courbe S-N (Stress-Number of cycles) qui consiste à soumettre chaque éprouvette à des cycles d’efforts périodiques, le plus souvent sinusoïdaux, d’amplitude maximale σ et de fréquence constante et à mesurer le nombre de cycles au bout duquel la rupture se produit : N_R . Un exemple de courbe de Wöhler est donné figure 1.20 ; sur celle-ci 4 domaines peuvent être distingués :

- A forte contrainte, une zone de fatigue plastique oligocyclique. Dans ce domaine la rupture intervient après un nombre de cycles relativement faible (10^2 à 10^4) et est accompagnée d’une déformation plastique significative.
- A plus faible contrainte, une zone de fatigue ou d’endurance limitée. Dans ce domaine, la rupture est atteinte pour un nombre de cycles d’autant plus faible que l’amplitude de contrainte est grande. C’est de ce domaine dont on rendra compte dans le présent travail de thèse.
- Une zone d’endurance longtemps considérée comme illimitée qu’il est convenue d’appeler limite d’endurance. En fait les alliages métalliques n’ont pas réellement de limite d’endurance ce qui conduit à considérer un 4^{ème} domaine.
- Une zone correspondant à la fatigue gigacyclique. Dans ce domaine on constate que la limite d’endurance continue de diminuer lorsque le nombre de cycles augmente.

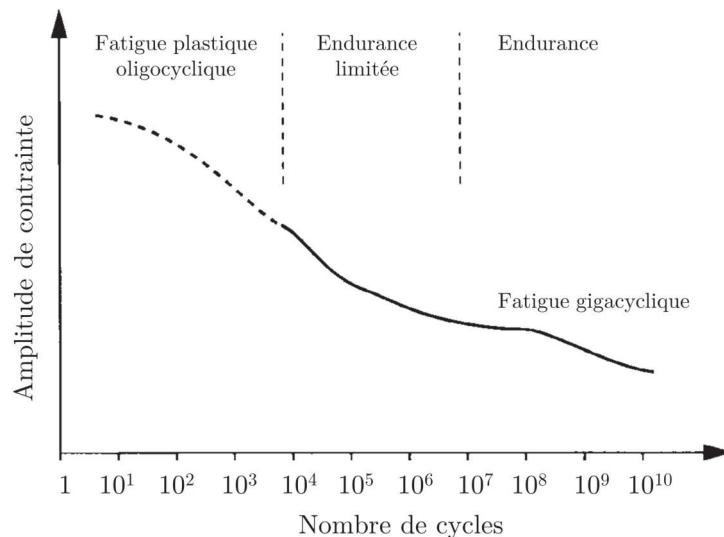


FIGURE 1.20 – Courbe de Wöhler et définition des divers domaines d’endurance [BAT 08]

La rupture d’une pièce ou d’une éprouvette par fatigue peut être décomposée en trois parties :

- une phase d’amorçage correspondant à l’apparition des premières microfissures au sein du matériau.

- une phase de propagation lente où les fissures amorcées vont croître de façon stable au fur et à mesure des cycles en fonction de la charge imposée.
- une phase de propagation brutale conduisant à la rupture quand la valeur de K_I devient supérieur à K_{IC} .

1.3.1.2 L'amorçage

L'expérience montre qu'en général l'amorçage des fissures résulte de l'apparition de déformation plastique qui se produit dans un domaine de dimension finie et généralement assez faible. L'amorçage dans les matériaux métalliques cristallins peut essentiellement se produire de trois façon différentes :

- par glissement cyclique irréversible des dislocations : peu actif dans les matériaux métalliques industriels. L'application d'un chargement cyclique va engendrer l'apparition de reliefs liés à la formation de bandes de déformation localisées dites bandes de glissements persistantes. La formation de ces bandes dans les plans de glissement les plus activés entraîne la formation d'intrusions et d'extrusions comme schématisé figure 1.21. Ces bandes vont ensuite donner lieu à la formation de microfissure de stade I. Comme on peut le voir figure 1.21.b, les microfissures en stade I ont une taille de l'ordre de la taille de grain. Dès que la microfissure rencontre le premier joint de grain, elle bifurque et se propage alors selon une direction perpendiculaire à celle de la plus grande contrainte principale (stade II). La formation des microfissures et le stade I peuvent occuper jusqu'à 40 à 90 % de la durée de vie des éprouvettes couramment utilisées pour déterminer la courbe de Wöhler. A noter que dans le cas du domaine de la fatigue gigacyclique ce sont non plus les microfissures mais, généralement, les micro-défauts internes qui contrôlent la durée de vie.
- à partir de micro-hétérogénéités présentes dans la microstructure telles que : porosités, inclusions, particules intermétalliques, précipités, joints de grains. L'amorçage des fissures à partir de ces hétérogénéités résulte d'incompatibilité de déformation élastique et/ou plastique.
- à partir des particularités géométriques de la pièce telles que : des entailles, des congés, des trous... Dans ce cas l'amorçage des fissures résulte d'une concentration locale des contraintes.

1.3.1.3 La propagation

La propagation des fissures est généralement décrite dans le cadre de la Mécanique Élastique Linéaire de la Rupture (MELR) qui s'appuie sur une solution analytique des contraintes au voisinage de la pointe de fissure et l'introduction d'un facteur d'intensité des contraintes K . La figure 1.22 donne les 3 modes d'ouverture des fissures de fatigue (mode I, II et III).

Dans le cas général, pour une fissure traversante au sein d'une plaque de dimension finie, le facteur d'intensité de contrainte s'écrit :

$$K = \alpha \sigma \sqrt{\pi a} \quad (1.3)$$

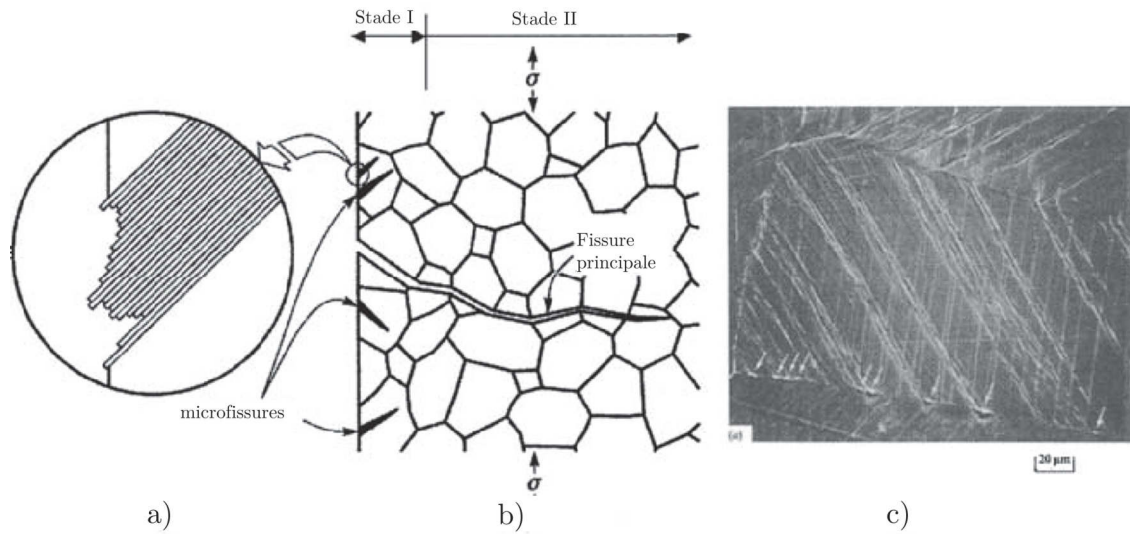


FIGURE 1.21 – a) Amorçage de microfissures dû à des glissements alternés et à la formation d’intrusions et d’extrusions à la surface libre (vue en coupe) ; b) formation d’une fissure principale à partir de microfissures ; c) aspects des intrusions et extrusions et des fissures de stade I à la surface d’une éprouvette de fatigue de cuivre [BAT 08]

Où α représente un facteur de correction sans dimension dépendant de la géométrie échantillon/fissure, σ la contrainte appliquée loin de la fissure et a la longueur de la fissure.

Au cours d’un essai de fatigue et dans le cas des fissures longues⁴, il est possible de calculer la variation du facteur d’intensité de contrainte, ΔK , pour une longueur de fissure donnée :

$$\Delta K = K_{max} - K_{min} = \alpha \cdot (\sigma_{max} - \sigma_{min}) \sqrt{\pi a} \quad (1.4)$$

Où σ_{max} et σ_{min} représentent respectivement la contrainte maximale et minimale atteinte durant un cycle de fatigue.

La propagation des fissures selon le stade II, c’est à dire en mode I, a fait l’objet de nombreuses publications depuis les travaux de Paris *et al* [PAR 63]. En traçant l’évolution de la vitesse de propagation de la fissure da/dN en fonction de la variation du facteur d’intensité des contraintes ΔK , une courbe qui ne dépend plus des paramètres géométriques de la pièce étudiée mais uniquement du matériau et du rapport de charge R appliqué est obtenue (voir un exemple figure 1.23). L’allure de cette courbe fait apparaître les trois étapes de l’endommagement en fatigue précédemment cité :

- Un régime de croissance rapide de la vitesse de propagation au delà d’une certaine valeur de ΔK appelée ΔK_{seuil}
- Un régime pour lequel la vitesse de propagation de fissure présente une évolution puissance connue sous le nom de loi de Paris :

4. c’est à dire des fissures dont la taille est largement supérieure à la taille caractéristique de la microstructure (par exemple la taille de grain) ainsi qu’à la taille de la zone plastique

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \quad (1.5)$$

Où C et m sont des constantes dépendant du matériau. Il s'agit d'une loi purement phénoménologique, vérifiée pour de nombreux matériaux, dans le cas de l'aluminium l'exposant m est de l'ordre de 4.

- Un régime de propagation très rapide qui conduit à la rupture brutale du matériaux lorsque la valeur maximale du facteur d'intensité des contraintes K tend vers la valeur de ténacité du matériau K_C .

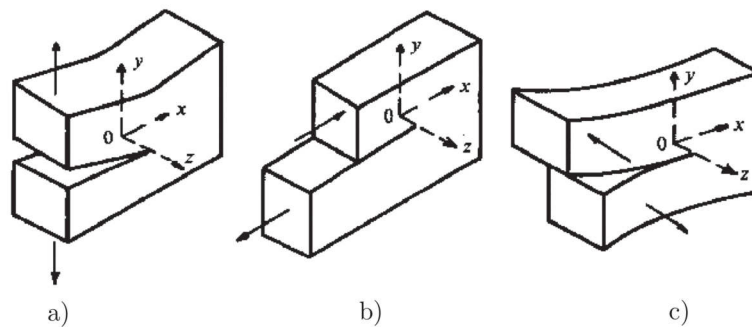


FIGURE 1.22 – Schéma du déplacement des lèvres de la fissure pour les 3 modes de fissuration - a) mode I - b) mode II et c) mode III [SUR 98]

La loi de Paris ne rend donc pas bien compte du comportement de la fissure ni près de la rupture ni vers la valeur seuil de propagation. Il convient par ailleurs de rappeler que la MELR n'est valable que dans l'hypothèse d'une plasticité confinée, c'est à dire lorsque la taille de la zone plastique présente une dimension faible devant celle de la fissure. Ces conditions ne sont pas remplies dans le cas des fissures courtes. Ce domaine a largement été étudié depuis la publication de Pearson *et al.* en 1975 [PEA 75] et ne sera pas détaillé dans ce manuscrit.

1.3.2 Propriétés mécaniques du joint de brasage

Avant le brasage, lors des étapes de laminage et d'homogénéisation précédant la fabrication de la tôle plaquée, plusieurs auteurs ont montré que le silicium diffuse depuis le placage vers l'alliage d'âme [YU 13, LIU 14]. Le silicium se dissout dans la matrice de l'alliage 3XXX formant ainsi une solution solide [YU 13]. Selon Zhao *et al.*, bien qu'ayant un faible effet de durcissement par solution solide, le silicium augmenterait l'érouissage assez nettement pour des valeurs de déformation inférieures à 10% [ZHA 13]. Les essais de dureté pratiqués par Liu *et al.* sur une billette de 3003 plaquée avec du 4045 par coulée continue montrent en effet que ce dernier est plus dur que le 3003. De plus, du fait de la diffusion du silicium et du manganèse à l'interface entre le 3003 et le 4045 une zone de diffusion, de l'ordre de $30\mu\text{m}$, se forme et est également plus dure que l'âme [LIU 14].

Le procédé de brasage ayant une très grande influence sur la microstructure, certain auteurs se sont intéressés à l'influence de ce procédé sur les propriétés mécaniques. C'est le cas de Nayeb

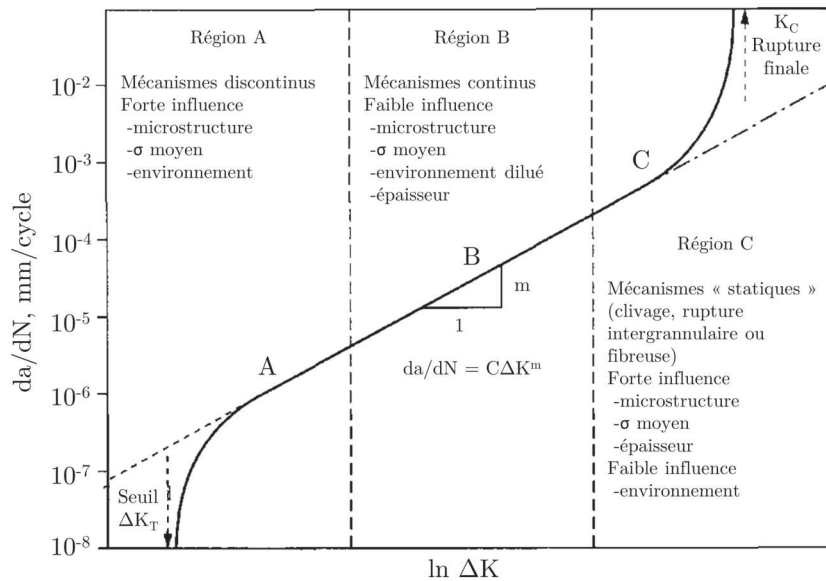


FIGURE 1.23 – Représentation schématique de la vitesse de propagation d’une fissure da/dN en fonction du facteur d’intensité de contrainte ΔK . Région A = faible vitesse de fissuration (seuil), région B = régime intermédiaire (relation de Paris), région C = forte vitesse de fissuration K_C [BAT 08]

et al. qui, dans leur étude, cherchent à déterminer l’impact du temps de brasage sur la solidité du joint entre deux pièces en 3003 brasées par un alliage 4047 [NAY 02]. Les auteurs mettent clairement en évidence que l’augmentation du temps de brasage entraîne une diminution de la limite à rupture du joint de brasage. En revanche, en se basant sur des essais réalisés sur un 3003 massif, les auteurs montrent que l’augmentation du temps de brasage n’a pas d’influence sur la limite à rupture de l’âme. Selon Nayeb *et al.*, la diminution de la limite à rupture du joint de brasage est liée d’une part à la diminution de l’eutectique présent dans le joint lorsque le temps de brasage augmente (diffusion du silicium) mais surtout à la formation de porosité (liée à la dissolution du matériau de base) pour les temps de brasage longs (supérieurs à 10min). Dans le cas de brasages courts (inférieurs à 10min), les essais de traction montrent que les éprouvettes cassent dans l’âme et non au niveau du joint de brasage. Ce résultat est confirmé par des essais de microdureté qui montrent que la zone affectée par le brasage est plus dure que l’âme [NAY 02, ROY 13].

Edo *et al.* ont caractérisé les propriétés mécaniques monotones et cycliques du joint de brasage. Ils sont partis de l’hypothèse que le joint de brasage avait une composition proche du métal d’apport et ont donc utilisé un alliage AA4045 [EDO 12]. En faisant fondre cet alliage, et en jouant sur les paramètres de solidification les auteurs ont obtenus différentes structures de joints présentant des particules de Si fines, moyenne ou grosses. Les essais de fatigue réalisés sur ces différentes configurations montrent que plus les particules dans le joint de brasage sont fines et plus les propriétés en fatigue augmentent (figure 1.24). Les auteurs attribuent ce résultat au caractère fragile des grosses particules qui favorisent un amorçage et une propagation rapide des fissures dans le joint.

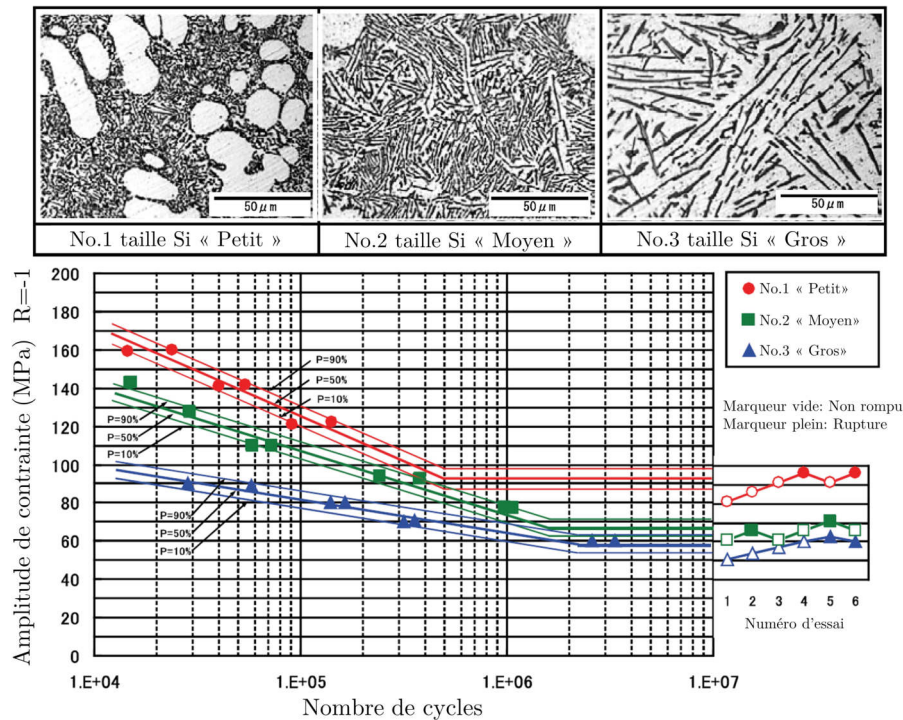


FIGURE 1.24 – Effet de la microstructure sur les courbes de fatigue Wöhler pour les joints de brasage présentant une taille de particules fine, moyenne et grande [EDO 12]

1.3.3 Influence de la microstructure du tube sur les propriétés mécaniques

1.3.3.1 Influence de l'épaisseur

Le procédé de brasage provoque une recristallisation de la matière du tube qui entraîne la formation d'une microstructure grossière présentant seulement quelques grains dans l'épaisseur du tube (typiquement de 5 à 10 grains). L'effet de la taille de grains sur la tenue en fatigue a été étudié par de nombreux auteurs. Par exemple, Lorenzino *et al.* ont récemment réalisé des essais de fatigue à amplitude de contrainte constante sur des éprouvettes en alliage d'aluminium AA1050 ayant une épaisseur constante de 4 mm mais présentant une taille de grains variable (obtenues après recristallisation des éprouvettes à différents taux d'écroutissage) [LOR 15]. Il ressort de ce travail que les propriétés en fatigue (en l'occurrence la limite en fatigue à 10^6 cycles) décroît avec l'augmentation de la taille de grain dans l'épaisseur (figure 1.25).

Dai *et al.* ont réalisé des essais de fatigue en déformation imposée sur des échantillons en cuivre pur avec une taille de grains constante [DAI 13]. Ils ont étudié l'évolution des propriétés en fatigue en réduisant l'épaisseur de leurs échantillons sans modifier la taille de grains. Il apparaît que la diminution de l'épaisseur de 150 à 40 μm entraîne une baisse de la limite d'endurance à 10^6 cycles confirmant ainsi la tendance observée par Lorenzino *et al.* sur l'alliage AA1050. Notons que les résultats de la littérature dans ce domaine sont très peu nombreux.

Selon Lorenzino *et al.*, il est primordial de prendre en considération le ratio du nombre de

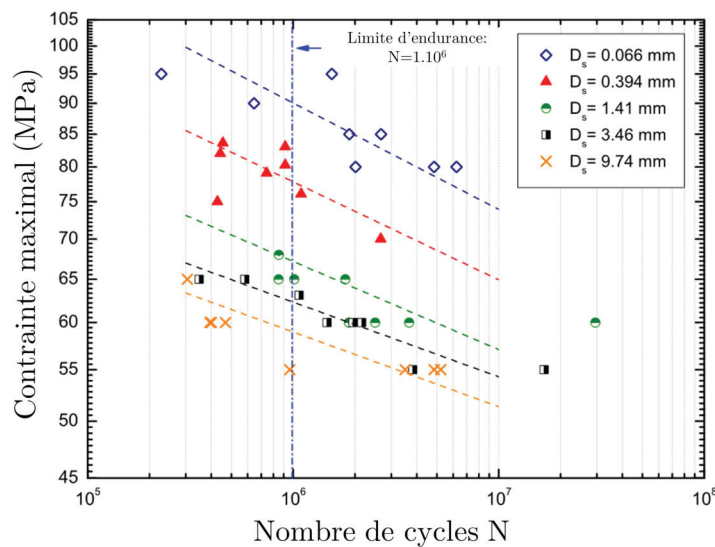


FIGURE 1.25 – Courbe de fatigue SN de l’alliage AA1050 obtenue avec des éprouvettes de 4mm d’épaisseur et des tailles de grains différentes. D_S représente la taille de grains à la surface de l’éprouvette. La ligne verticale marque la limite d’endurance fixée à 10^6 cycles [LOR 15]

grains dans l’épaisseur t/D , (avec t l’épaisseur et D la taille de grain) et non pas la seule épaisseur ou la seule taille de grain d’une matière [LOR 15]. En effet, il a été montré que lorsque le rapport t/D diminue et devient inférieur à 1, la règle de Hall-Petch n’est plus valide [LED 10]. Lorsque la taille de grains est du même ordre de grandeur que l’épaisseur de l’échantillon, ses propriétés mécaniques sont de plus en plus dépendantes de la morphologie et de l’orientation des grains. La réduction du nombre de grains dans l’épaisseur entraîne une forte diminution du nombre de systèmes de glissements et ainsi une diminution de l’allongement à rupture [KLE 01]. Un effet de confinement peut également se produire. Lors d’un essai de traction, les grains cherchent à s’orienter selon leurs directions de déformation privilégiées. Lorsque les grains ont beaucoup de voisins, cette rotation est difficile, ce qui augmente la résistance du matériau. A l’inverse, si peu de grains sont présents, cette rotation est facilitée et une diminution des propriétés mécaniques est observée. Selon Miyazaki *et al.*, un matériau aura le comportement d’un massif si celui ci présente un rapport t/D supérieur à 10 [MIY 79].

Dans le cas de cette étude, comme nous le verrons au chapitre 3, le matériau présente de l’ordre de 5 à 10 grains dans l’épaisseur. Des propriétés mécaniques inférieures à celles du matériau massif sont donc attendues.

1.3.3.2 Influence des dispersoïdes

Comme il a été vu précédemment, les alliages commerciaux d’aluminium de série 3XXX contiennent des dispersoïdes de type $Al_6(Mn,Fe)$ et surtout $\alpha-Al(Mn,Fe)Si$ [MUG 14]. Ces derniers sont généralement considérés comme incohérents par rapport à la matrice d’aluminium. Cependant, une étude cristallographique récente a montré que les dispersoïdes de type

$\alpha\text{-Al}(\text{Mn},\text{Fe})\text{Si}$ sont partiellement cohérents avec la matrice d'aluminium [LI 12]. Par ailleurs, ces auteurs ont pu corrélérer les limites d'élasticité et à la rupture d'échantillons d'aluminium de coulées ayant subi des traitements thermiques différents, et la différence de rayon et de fraction volumique de ces dispersoïdes. Les graphiques donnés figure 1.26 montrent l'évolution de la taille et la densité des dispersoïdes en fonction de la température de restauration (figure 1.26.a) ainsi que l'évolution des caractéristiques monotones en traction après recuit à 375°C et homogénéisation à 600°C (figure 1.26.b). Les meilleures propriétés en terme de limite d'élasticité et de limite à rupture sont obtenues après un recuit à 375°C ce qui correspond à la plus grande densité de dispersoïdes. La composition de la solution solide n'ayant pas évolué entre ces différents traitements thermiques, l'amélioration de la limite élastique est expliquée par ces auteurs à l'aide du mécanisme Orowan. Ainsi avec une bonne combinaison entre le temps et la température de recuit, les propriétés mécaniques des séries 3XXX peuvent être augmentées de manière significative et sont d'autant plus grandes que la concentration en manganèse et silicium est élevée [MUG 13]. Cet effet, bien que significatif, reste limité par la relativement faible fraction volumique des dispersoïdes à température ambiante. Liu *et al.* ont montré, sur un alliage 3004, que les dispersoïdes sont en revanche un moyen efficace pour augmenter les propriétés mécaniques à température élevée [LIU 15]. En effet, les dispersoïdes sont stables même à haute température (300°C), ce qui donne de bonnes propriétés mécaniques et de résistance au fluage comparé à d'autres alliages d'aluminium à durcissement structural.

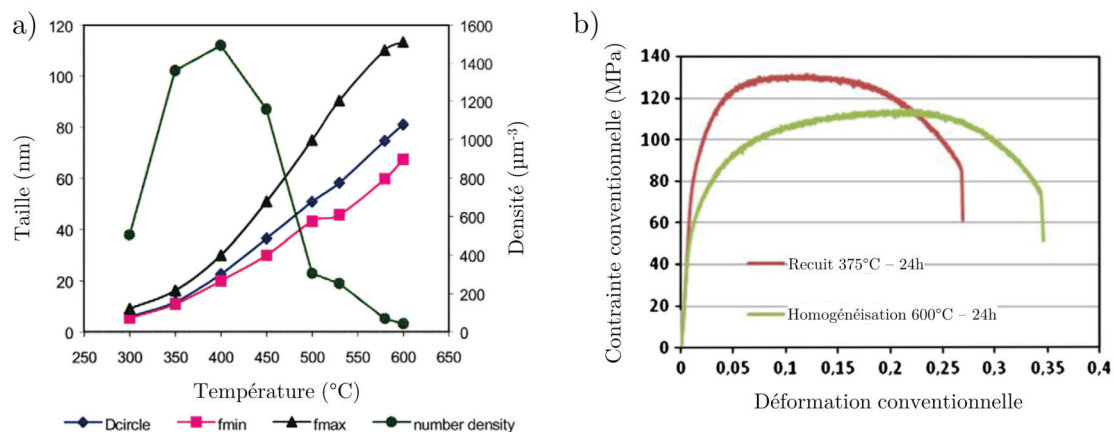


FIGURE 1.26 – Graphiques représentant a) l'évolution en taille et en nombre des dispersoïdes en fonction de la température [LI 03a] et b) les courbes de traction d'échantillons après recuit et après homogénéisation [LI 12]

L'influence des dispersoïdes sur les propriétés de tenue en traction et en fatigue a notamment été étudiée par Kim *et al.* ainsi que par Nam *et al.* [KIM 98, NAM 00]. Nam *et al.* ont montré que l'ajout de 0.7 à 1.2% de Mn permet d'augmenter de façon significative la limite d'élasticité et à rupture sans perdre en ductilité [NAM 00]. A l'aide d'essais de fatigue in situ, Kim *et al.* ainsi que Nam *et al.*, ont pu mettre en évidence l'impact du Mn sur les mécanismes de rupture en fatigue d'alliages d'aluminium des séries 6XXX et 7XXX. Ces essais, suivis par microscopie électronique en transmission, montrent que les dispersoïdes de type Al_6Mn agissent comme barrière à la propagation des dislocations et de plus entraînent un changement de système de glissement

vers un système de glissement dévié (déformation uniforme). Grâce à l’homogénéisation de la déformation, l’amorçage de fissure en fatigue est retardé ce qui entraîne une amélioration de la durée de vie en fatigue des alliages contenant ces dispersoïdes comme le montre la figure 1.27.

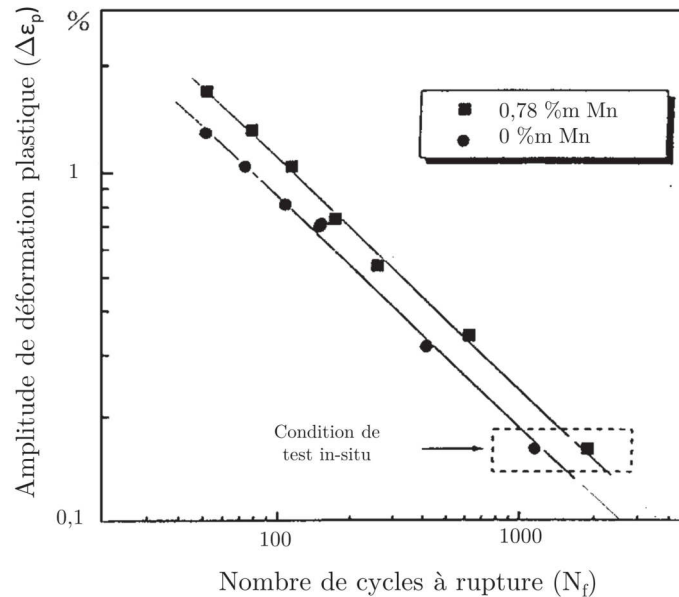


FIGURE 1.27 – Effet du manganèse sur la tenue en fatigue d’un alliage 7XXX [KIM 98]

Yaguchi *et al.* et Fujii *et al.* se sont intéressés à l’évolution des structures cellulaires de dislocations induites dans un alliage 3003 par une sollicitation cyclique de type traction-compression ($R=-1$) [FUJ 97, FUJ 01, YAG 01]. Ces auteurs ont essayé d’établir un lien entre les cellules de dislocations et la durée de vie macroscopique des tôles étudiées. Ils ont mis en évidence que la structure de dislocations est dépendante de l’amplitude en contrainte et du nombre de cycles. A forte amplitude, des cellules de dislocations sont formées et les parois des cellules deviennent de plus en plus minces au fur et à mesure que la déformation par fatigue progresse (et ce, même à faible nombre de cycles). La rupture intervient pour une épaisseur de cellule très faible et quasi constante. Ce phénomène peut être expliqué par un nombre insuffisant de dislocations mobiles. Ce qui implique une concentration de glissements et donne des intrusions / extrusions à la surface similaires à celles générées par des bandes de glissement permanentes. Au final, une bonne corrélation entre l’épaisseur des cellules de dislocations et la durée de vie des éprouvettes a été trouvée.

1.3.4 Tenue en fatigue et mécanismes d’endommagement

Hormis les travaux de Yaguchi *et al.* et Fujii *et al.*, les études portant sur la fatigue des alliages d’aluminium industriels utilisés dans le domaine des échangeurs thermiques automobiles d’un point de vue macro et microscopique sont peu nombreuses. Les alliages de la série 3XXX, possédant de relativement faibles propriétés mécaniques, ont fait l’objet de moins d’études que

d'autres alliages à durcissement structural couramment utilisés. Dans la littérature de type "handbook", seules les valeurs de limite à rupture et de limites d'endurance sont disponibles et principalement pour les alliages AA3003 et AA3004 [KAU 08]. Pourtant ces derniers peuvent présenter des comportements remarquables. En comparant les propriétés mécaniques d'un alliage AA3004 à des alliages de différentes séries, il apparaît que contrairement à tous les autres, le AA3004 possède une limite d'endurance en fatigue supérieure à sa limite d'élasticité comme le montre la figure 1.28.

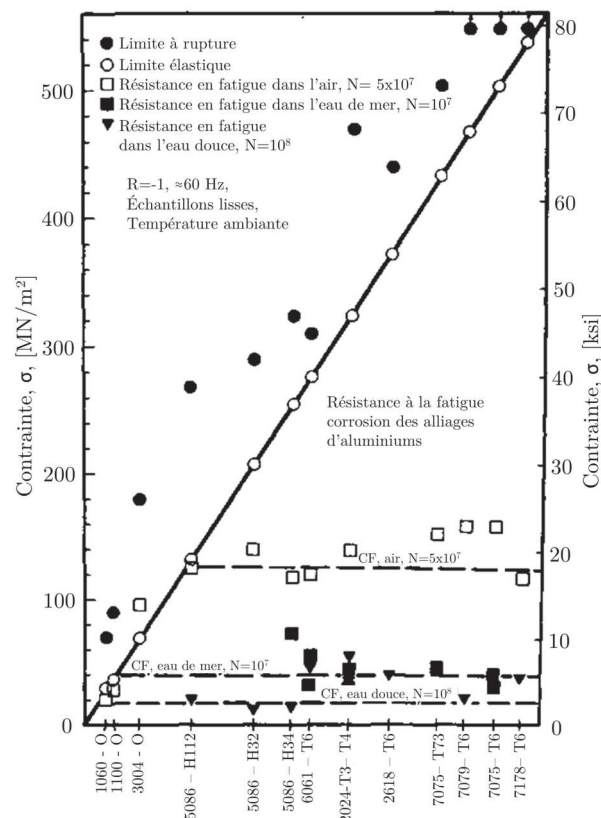


FIGURE 1.28 – Graphique donnant les propriétés mécaniques et de tenue en fatigue de différents alliages d'aluminiums [BOY 85]

Devant ce manque flagrant de données, un consortium de différentes entreprises s'est rassemblé au sein du "Low Temperature Joining Comitee" [COM 08]. Le but de ce comité est d'augmenter les connaissances sur la fatigue des matières plaquées de type 3003 dans le domaine des échangeurs thermiques brasés automobiles. Différentes matières ont été étudiées après brasage dans le cadre de ce travail, notamment des matières ayant la même âme mais possédant des placages différents, l'âme seule ayant également été analysée. Il ressort de ce travail que c'est cette dernière qui présente, de peu, les meilleures propriétés en traction et de résistance à la fatigue à 10^7 cycles. Cependant cette étude ne s'intéresse qu'à l'établissement des courbes de fatigue, aucune observation de l'endommagement n'a été faite. A noter que les auteurs signalent une grande dispersion dans les résultats en fatigue en fonction du laboratoire qui a testé la

matière.

Bien qu’alimentant les bases de données en valeurs numériques, ces études ne renseignent pas, par exemple, sur le comportement de la matière en température ou sur les mécanismes d’endommagement mis en jeu. Pour cela il faut se tourner vers d’autres études. Kim *et al.* se sont intéressés à l’effet du brasage sur la microstructure ainsi que sur les propriétés mécaniques monotones et cycliques d’un alliage 3005 plaqué sur l’une de ses faces avec du 4343 et de l’autre avec un placage sacrificiel 7072 [KIM 12]. Les auteurs ont réalisés des essais de fatigue à température ambiante avant et après brasage sur des éprouvettes ayant une épaisseur de 0.4mm. Les courbes de fatigues obtenues (en contrainte équivalente avec $\sigma_{eq} = \sqrt{(\sigma_a + \sigma_m)\sigma_a}$) sont données figure 1.29. Avant brasage, des données ont pu être obtenues à la fois dans le régime des faible et fort nombres de cycles, alors qu’après brasage seules des grandes durées de vie (supérieures à 50 000 cycles) ont pu être mesurées. Pour les essais réalisés à un très haut niveau de contrainte (proche de la limite à rupture), une rupture prématurée est observée pour les éprouvettes brasées mais pas dans le cas des éprouvettes non brasées. Ceci est observé dans d’autres publications [COM 08, KAH 14]. Cette question sera évoquée plus loin dans ce manuscrit. Par ailleurs, une dégradation de la tenue en fatigue est globalement observée après brasage. Les auteurs attribuent cette dégradation à l’état de surface de la matière brasée. Durant le brasage la recristallisation occasionne des crevasses entre les grains de surface (semblable aux vallées évoquées par Tierce *et al.*[TIE 06]), ce qui diminuerait les propriétés mécaniques et de tenue en fatigue. Cependant, les auteurs ne donnent pas plus de précision quant à l’amorçage et à la propagation des fissures.

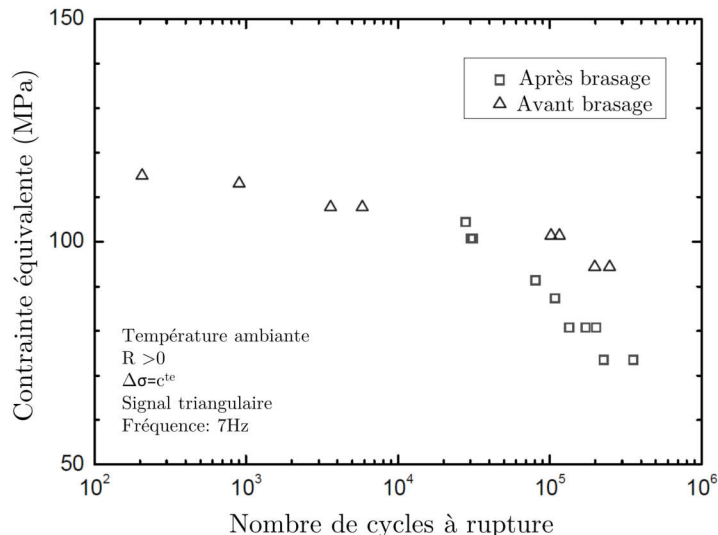


FIGURE 1.29 – Essais de fatigue réalisés sur un alliage AA3005 avant et après brasage [KIM 12]

Yao *et al.* pointent le rôle déterminant des placages dans la durée de vie en fatigue [YAO 99]. Des essais de fatigue ont été réalisés à déformation imposée sur des alliages 3005 plaqués et non plaqués (ayant simplement subi le traitement thermique correspondant au cycle de brasage) à température ambiante, 75 et 180°C. Il apparaît que la durée de vie des éprouvettes plaquées est plus courte que celle des non plaquées à fortes déformations ; cette différence a tendance à disparaître pour les faibles déformations (figure 1.30.a). Selon les auteurs, les zones eutectiques du

placage résiduel apparaissent comme étant des zones d’amorce privilégiées en fatigue, les fissures se propagent depuis ces zones fragiles dans le placage résiduel puis dans l’âme, ce qui réduirait ainsi la durée de vie en fatigue des matières plaquées. Enfin, ces travaux abordent l’influence de la température sur les propriétés en fatigue et montrent la diminution de la durée de vie lorsque la température augmente (de l’ambiante à 180°C) pour un niveau de déformation équivalent (figure 1.30.b). Cependant, en considérant l’énergie d’hysteresis de demi vie ($W = \Delta\sigma \cdot \Delta\epsilon_p$) comme paramètre contrôlant la durée de vie à faible nombre de cycles, et en traçant ce paramètre en fonction du nombre de cycles, les auteurs montrent que les points s’alignent et qu’ainsi les propriétés en fatigue sont similaires aux différentes températures. Pour les auteurs, ce résultat semblerait donc indiquer que les mécanismes d’endommagement ne changent pas avec la température du moins dans une plage de 20 à 180°C.

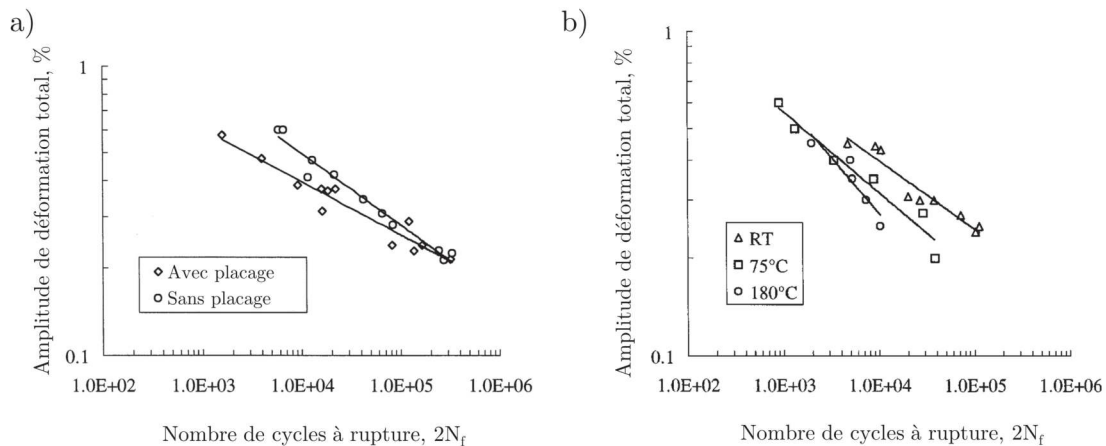


FIGURE 1.30 – Courbes de fatigue en déformation totale imposée en fonction du nombre de cycles à une fréquence de 0.5Hz, avec un signal triangulaire et un rapport de déformation supérieur à 0 montrant a) l’influence du placage AA4104 7% sur un alliage AA3005LL de 2.5mm d’épaisseur et b) l’influence de la température pour un alliage AA3005LL plaqué deux faces avec un alliage AA4343 à 7% (épaisseur total 3.2mm) [YAO 99]

Cette problématique est justement le thème d’un travail récent portant sur les propriétés en traction, en fatigue et en fluage des alliages d’aluminium pour les échangeurs thermiques automobiles pour des températures allant de l’ambiante à 300°C [KAH 14]. Le but premier des auteurs est de pallier le manque de données existantes en dégagant des tendances afin de pouvoir prédire le comportement des matériaux à une température où très peu de données sont actuellement disponibles. Après avoir réalisé un traitement de brasage sur leurs éprouvettes, Kahl *et al.* ont étudié 5 matières présentant des compositions différentes (âme ou placage différents). Une très bonne corrélation entre la limite à rupture et la durée de vie à 10^5 cycles est trouvée. Cependant les auteurs insistent bien sur le fait qu’il s’agit là d’une tendance et en aucun cas d’une règle : à une température donnée une matière ayant la plus haute limite à rupture n’aura pas forcément les meilleures propriétés de tenue en fatigue ou au fluage par exemple. Afin de dépasser ce premier résultat, Kahl *et al.* se sont servis du modèle de Bergström qui permet de rendre compte de la courbe contrainte vraie - déformation vraie pour un alliage AA3003 [BER 70]. Après l’avoir modifié, ils ont pu calculer et prédire avec succès des courbes de traction

interpolées à différentes températures. Concernant l’influence de la température sur la tenue en fatigue, la figure 1.31 donne, après brasage, le comportement d’un alliage AA3003 plaqué sur les deux faces par un AA4343. La tenue en fatigue diminue avec l’augmentation de la température et très peu de points ont été obtenus pour les faibles nombres de cycles ce qui corrobore les résultats de Kim *et al.* [KIM 12]. Les auteurs notent également que pour les essais de fatigue à une température n’excédant pas 100°C, presque toutes les éprouvettes de fatigue ont cassé à partir de bandes de glissement localisées sur la tranche des éprouvettes. Les auteurs montrent en outre que c’est le temps d’amorçage qui dicte la durée de vie en fatigue et retrouvent ainsi le résultat de Buteri *et al.* [BUT 11]. Kahl *et al.* n’ont pas été en mesure d’observer des fissures en cours de propagation, cette phase étant très courte [KAH 14]. Néanmoins quelques rares fissures secondaires ont pu être observées sur la tranche polie des éprouvettes.

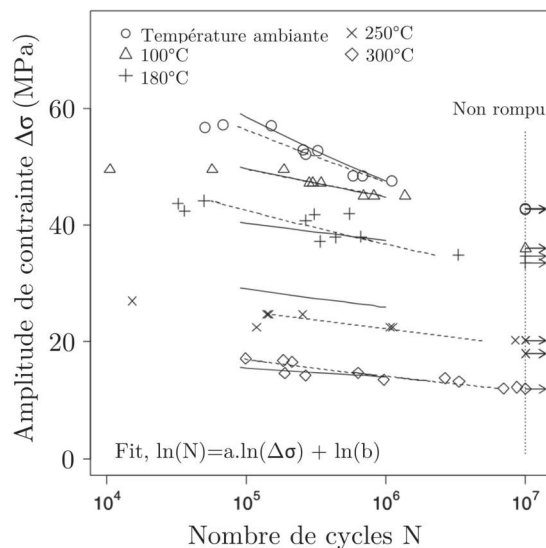


FIGURE 1.31 – Courbes de fatigue à différentes températures à amplitude de contrainte constante pour un alliage AA3003 plaqué sur les deux faces avec du AA4343 (10%) après brasage (épaisseur 0.4mm, R=0.1, f=30Hz et signal sinusoïdal) [KAH 14]

La figure 1.31 montre également un changement de comportement avec l’augmentation de la température. Pour les auteurs, la résistance en fatigue est diminuée en raison de l’apparition d’une déformation de fluage à une température comprise entre 100 et 180°C. Pour le prouver Kahl *et al.* montrent que lors d’essais à température ambiante un fort allongement est observé durant le premier cycle ($\Delta\sigma = c^{te}$) puis celui-ci diminue à partir du 4^{ème} cycle une fois la contrainte maximale atteinte. Lors d’essais à 180°C, le déplacement des mors est plus important lors du premier cycle mais surtout un allongement continu est enregistré durant les 50 cycles suivants. Les auteurs montrent ainsi que des phénomènes de fluage commencent à intervenir dès 180°C.

En réalisant des essais de fluage et en traçant par ailleurs la durée de vie en fonction de la température, Kahl *et al.* montrent finalement que le fluage réduit la résistance en fatigue à partir d’une température comprise entre 100 et 180°C et que, pour une température supérieure

à 200°C, le fluage semble dominer la durée de vie durant un essai de fatigue. Dans le cadre de cette thèse, des phénomènes de fluage seront donc susceptibles d'intervenir lors des essais de fatigue réalisés à 120°C.

Comme déjà évoqué au début de ce manuscrit, cette étude s'inscrit dans la continuité du travail réalisé par Butéri *et al.* [BUT 12]. Celui-ci avait pour but la détermination des mécanismes d'endommagement en fatigue des structures brasées de type échangeur thermique afin de mieux comprendre les raisons de la fissuration des tubes lors d'une sollicitation cyclique de type choc thermique. Pour cela, le comportement en fatigue de deux matières utilisées industriellement a été étudié : une appelée CM0, qui consiste en un alliage 3916 plaqué sur les deux faces avec un alliage 4045. Et l'autre, appelé CM1, qui consiste en un alliage 3916 plaqué sur une face avec du 4045 et sur l'autre face avec un alliage sacrificiel 7072.

Dans sa thèse, A. Butéri a pu montrer que quelle que soit la configuration matière, la phase d'amorçage se produit à partir des hétérogénéités microstructurales de surface, présentes du côté du placage 4045, induite par le procédé de brasage. En effet, lors d'une sollicitation mécanique de type traction, il apparaît que la microstructure de type *Al-Si* eutectique constituée de phases fragiles (intermétalliques de type *Al(Fe,Mn)Si* et aiguilles de silicium) est particulièrement sensible aux niveaux de contraintes atteints en surface des éprouvettes, ce qui est en accord avec les observations de Yao *et al.* [YAO 99]. Ces différentes particules, localisées essentiellement au niveau des joints de grains, mais également au cœur d'hétérogénéités de surface plus importantes (les GPR, voir paragraphe 1.2.4.2), sont rompues en très grand nombre lorsque le niveau de contrainte atteint augmente. Elles constituent dès lors des lieux d'amorçage privilégiés. Les premiers stades de propagation se font alors de façon intergranulaire.

Des différences dans l'amorçage des deux configurations matières ont néanmoins été observées. Ainsi, il apparaît que la matière CM0 est particulièrement sensible à la multi-fissuration, contrairement à la CM1. Cette observation est expliquée, d'une part, par l'absence de phase fragile à la surface du placage 7072 présent dans la configuration CM1 et, d'autre part, par un phénomène d'écrantage de la fissure dû à la plus grande ductilité du placage 7072 comparé au 4045. De plus, dans le cas de la matière CM1, l'amorçage se produit quasi exclusivement au pied d'une GPR montrant ainsi l'importance de cette hétérogénéité de surface sur les mécanismes d'amorçage. En revanche, dans le cas de la matière CM0, bien que des GPR soient également présentes à la surface, l'amorçage se produit presque toujours sur le bord de l'éprouvette. Les auteurs expliquent cette différence par l'existence d'une dimension "seuil" de GPR en dessous de laquelle, leur effet deviendrait du second ordre vis-à-vis de l'endommagement généralisé observé en surface.

Une fois la fissure amorcée, Buteri *et al.* ont identifié trois sous-phases distinctes lors de la propagation à partir de l'observation des faciès de ruptures. Ces phases sont résumées figure 1.33.a.

- La première correspond à la phase de propagation stable intragranulaire de la fissure de fatigue tout d'abord dans l'épaisseur puis dans le sens travers long perpendiculairement à la direction de sollicitation et ce, quelle que soit la configuration matière.
- La seconde phase, appelée propagation mixte, correspond à une zone dans laquelle la vitesse de la fissure de fatigue augmente de manière significative. Cette zone est alors caractérisée

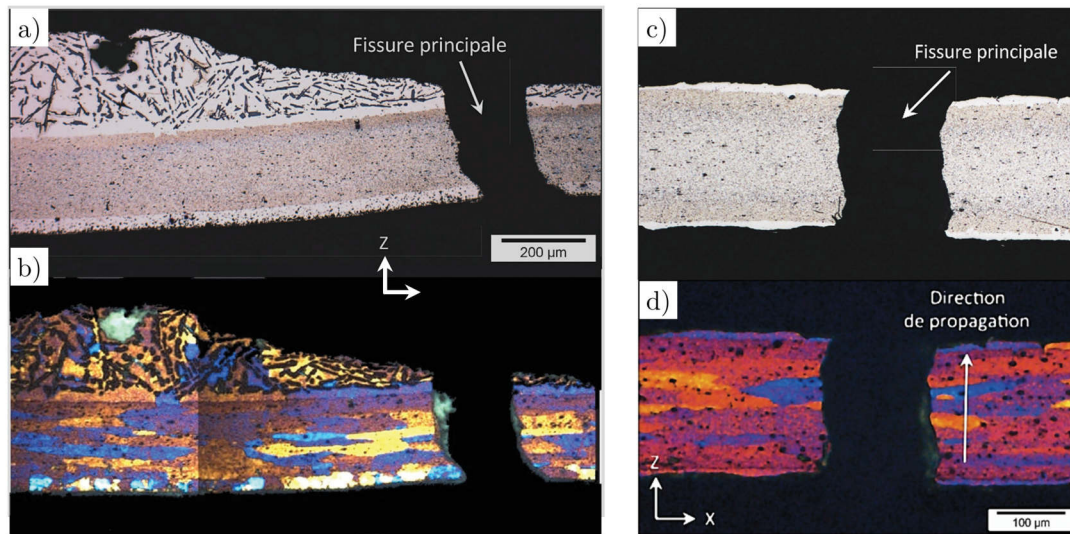


FIGURE 1.32 – Microscopie optique après rupture de la matière CM1 au niveau d'une GPR a) attaque au réactif de Keller et b) après oxydation anodique. Microscopie optique de la matière CM0 après rupture c) attaque au réactif de Keller et d) après oxydation anodique [BUT 12]

par la présence de stries de fatigue de plus en plus distantes, par un important phénomène de striction et par la présence de cupules. Enfin une rotation de 90° des stries de fatigue est observée traduisant selon les auteurs une rupture dite "Flat-to-Slant".

- La troisième et dernière phase de propagation correspond à la rupture brutale des éprouvettes. Cette phase se caractérise par un faciès de rupture orienté à 45° par rapport à l'axe de sollicitation.

A l'aide de corrélation et de stéréocorrélation d'images numériques A. Butéri a montré que la phase de propagation de la fissure ne représente, au mieux, que 10% de la durée de vie de l'éprouvette comme le montre la figure 1.33.b. La durée de vie en fatigue de ces matière semble donc gouvernée par l'amorçage des fissures (en endurance limitée).

Pour finir, des essais réalisés sur des éprouvettes de type échangeurs ont permis de corroborer les mécanismes d'amorçage et de propagation des fissures de fatigue observés sur éprouvettes. Une importante chute de la durée de vie globale est observée dans le cas des essais réalisés sur morceaux d'échangeur à contrainte appliquée équivalente. Cette chute est directement imputable au design de la structure et à la concentration de contrainte générée au niveau du joint de brasage tube/collecteur. La zone de défaillance des éprouvettes de types échangeurs est donc semblable à celle observée sur radiateurs complets.

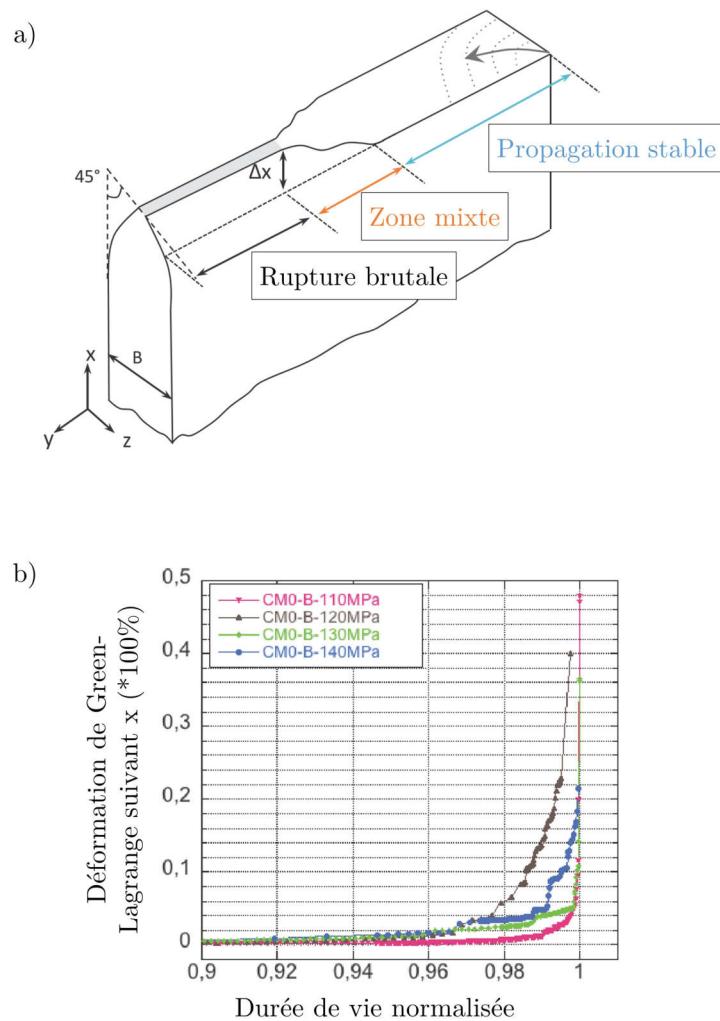


FIGURE 1.33 – a) Schéma d'un faciès de rupture représentant les trois phases de la propagation identifiées. b) Graphique issu des données de corrélation d'images numériques traçant la déformation en fonction de la durée de vie normalisée (par le nombre de cycle à rupture) de la matière CM0 (4045/3916/4045) après brasage, testé à température ambiante à amplitude de contrainte constante, à une fréquence de 10Hz (signal sinusoïdal) et avec un rapport de charge $R=0.1$. La propagation de la fissure intervient dans les derniers instants de la durée de vie [BUT 12]

1.4 Bilan

Cette revue bibliographique a permis de faire une synthèse des connaissances sur l’impact du brasage sur la microstructure ainsi que sur les propriétés mécaniques monotones et cycliques des alliages plaqués 3XXX-4XXX.

- Le procédé de brasage a un très fort impact sur la microstructure finale obtenue ainsi que sur les propriétés mécaniques. Une légère modification du temps ou de la température de brasage peut entraîner un changement notable de la microstructure et des propriétés mécanique. Par ailleurs, le procédé de brasage implique surement la présence de contrainte résiduel, néanmoins dans le cadre de ces travaux il n’a pas été possible de les évaluer du fait des faibles épaisseurs et de la texturation de nos matières.
- Très peu d’études sont disponibles sur les mécanismes de fissuration de ces pièces de fine épaisseur, la plupart se contentant d’établir les courbes de fatigue en faisant varier des paramètres telles que la température ou la composition des matières. Hormis le travail de Butéri *et al.* aucune caractérisation microstructurale précise des zones d’amorçage des fissures et des mécanismes d’endommagement n’est disponible. Par ailleurs, le comportement en fatigue des matériaux comportant plus de 3 couches n’a, à notre connaissance, pas été étudié.
- La durée de vie des éprouvettes semble dictée par le temps d’amorçage des fissures, ce qui rend très difficile l’observation de leur propagation à contrainte imposée.

Il y a donc un vrai manque de connaissances concernant les mécanismes d’endommagement et leur lien avec la microstructure et ce notamment en fonction de la température. Afin de déterminer les mécanismes d’amorçage et de propagation, une caractérisation microstructurale sera mise en place avant, pendant et après les essais de fatigue. Une attention particulière sera par ailleurs portée aux conditions de brasages et de préparation des éprouvettes. Enfin, sur la base des travaux de Butéri *et al.* [BUT 12], et en faisant l’hypothèse que la hiérarchie entre les matières est conservées, l’éventuel classement obtenu sur des éprouvettes classiques dans le cadre de cette étude pourrait être transposé, au moins de façon qualitative, à un radiateur.

Chapitre 2

Matériaux et Techniques expérimentales

Dans ce travail, afin d'étudier les mécanismes d'endommagement en fatigue intervenant dans les matériaux constitutifs des radiateurs de refroidissement brasés, il convient, tout d'abord, de caractériser précisément la microstructure ainsi que les propriétés mécaniques de ces matériaux. En se basant sur ces résultats, les phases d'amorçage et de propagation des fissures ont pu être analysées par la mise en place de techniques de suivi 2D des mécanismes d'endommagement. Ces observations étant limitées à la surface des échantillons, des techniques de suivi 3D ont également été employées. La première partie de ce chapitre présente les structures et compositions chimiques des matériaux étudiées ainsi que leur préparation en éprouvettes. Dans une seconde partie, après une brève description des essais mécaniques et des techniques de caractérisation employées, les méthodes de suivi des mécanismes d'endommagement mises en place sont décrites.

Sommaire

2.1	Matériaux	48
2.1.1	Structure et composition des matières étudiées	48
2.1.2	Procédé de fabrication	49
2.1.3	Brasage et préparation des éprouvettes	49
2.2	Essais mécaniques	50
2.2.1	Essais de traction	50
2.2.2	Essais de fatigue	51
2.2.3	Nanoindentation	53
2.3	Techniques de caractérisations	54
2.3.1	Préparation et attaques chimiques avant microscopie optique	54
2.3.2	Microscopie électronique	54
2.3.3	Tomographie aux rayons X	57
2.3.4	Laminographie aux rayons X de laboratoire	60
2.4	Techniques de suivi des mécanismes d'endommagement	61
2.4.1	Méthode de suivi optique	61
2.4.2	Méthode de suivi par rayonnement synchrotron	63
2.4.3	Laminographie	65
2.5	Bilan	67

2.1 Matériaux

Le brasage des échangeurs thermiques nécessite l'utilisation de matières plaquées comprenant d'une part le métal d'apport et d'autre part l'alliage d'âme. Une couche "intercouche" supplémentaire peut être ajoutée pour jouer un rôle sacrificiel vis à vis de la corrosion. Les parties suivantes présentent les caractéristiques générales ainsi que le procédé de fabrication et de brasage des matériaux utilisés dans ce travail.

2.1.1 Structure et composition des matières étudiées

La figure 2.1 présente de façon schématique les trois structures qui font l'objet de cette étude. Elles sont toutes trois composées du même alliage d'âme, à savoir le 3916, ont une épaisseur similaire avant brasage comprise entre 0,25 et 0,297mm mais diffèrent de part leur placage.

- La matière standard utilisée pour la fabrication des radiateurs de refroidissement est symétrique et est composée de chaque coté d'un placage en 4045 représentant chacun 10% de l'épaisseur totale (figure 2.1.a). Cette matière est notre référence et est appelée **Std** dans la suite de ce travail.
- La seconde appelée **MC** (figure 2.1.b) est composée de 4 couches différentes et est asymétrique. En plus de son âme en 3916 et des deux placages extérieurs en 4045 représentant 10% de l'épaisseur totale chacun, une couche sacrificielle en 3003, représentant 5% de l'épaisseur totale, a été intercalée sur l'une de ses faces entre le 3916 et le 4045. A noter que l'épaisseur moyenne des tôles de MC fournies est de l'ordre de 0.25 mm.
- La dernière matière appelée ici **UC** ne présente aucun placage et est uniquement composée de l'alliage d'âme en 3916 (figure 2.1.c). Cette structure n'est pas utilisée pour la fabrication de tubes de radiateurs de refroidissement. En revanche, son étude est nécessaire afin de mieux évaluer le rôle des placages sur l'endommagement en fatigue. L'épaisseur des tôles avant brasage est de l'ordre de 290 μm .

La composition chimique des alliages utilisés est donnée tableau 2.1. Toutes ces matières ont été fabriquées par Constellium sous forme de tôles laminées présentant un état métallurgique H24 (état écroui partiellement adouci, demi dur).

Alliage	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti
3916	<0.3	<0.3	0.5-0.8	1-1.5	<0.02	<0.2	<0.2
3003	<0.6	<0.7	0.05-0.2	1-1.5	<0.02	<0.2	<0.2
4045	9-11	<0.8	<0.3	<0.05	<0.05	<0.1	<0.2

TABLE 2.1 – Composition chimique AA (Aluminium Association) des alliages 3003 et 4045. L'alliage 3916 est une appellation propre à Constellium, données issues des travaux de Buteri *et al.* [BUT 12]. Composition en %massique

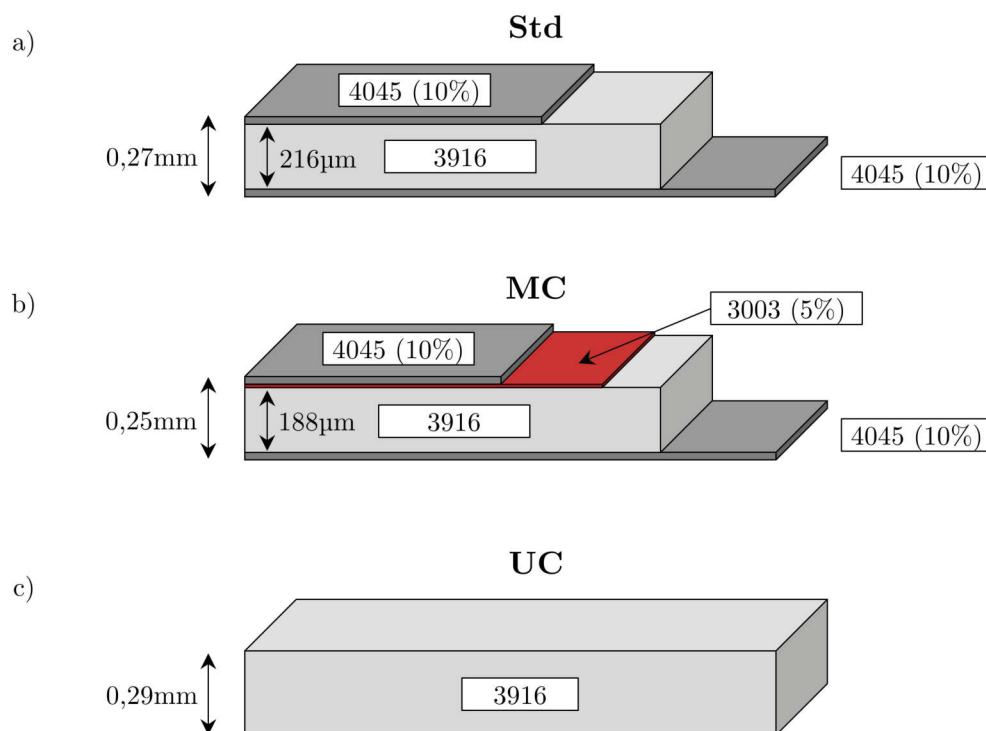


FIGURE 2.1 – Vue schématique des matières étudiées - a) Std, b) MC et c) UC

2.1.2 Procédé de fabrication

Ces structures multi-couches sont obtenues par co-laminage des différentes couches. Au préalable, les couvertures en 4XXX ou les intercouches sont pré-laminées pour atteindre la bonne épaisseur, puis le sandwich est formé par soudage. Après laminage du sandwich, un recuit final est réalisé pour obtenir l'état H24.

2.1.3 Brasage et préparation des éprouvettes

Il a été montré au paragraphe 1.2.4 que le brasage a un très fort impact sur la microstructure ainsi que sur l'état de surface. Les matières étant livrées à l'état H24, il est nécessaire d'effectuer un traitement thermique similaire à un brasage sous flux Nocolok afin d'obtenir une microstructure et des propriétés mécaniques représentatives de celles d'un tube d'échangeur brasé, y compris pour la matière UC. Cette procédure, adaptée à des éprouvettes de fatigue et de tractions, est décrite ci-après et résumée figure 2.2.

- Prélèvement de la matière et découpe de celle-ci à la cisaille en formats rectangulaires de 25 x 7 cm² environ. Le sens long correspondant au sens de laminage.
- Dégraissage des formats par traitement thermique à 250°C
- Application du flux par aspersion (paintfluxing) sur les deux faces à 5g/m²
- Les formats sont ensuite suspendus horizontalement dans des paniers. Une vingtaine d'éprouvettes pouvant être fixées par panier.

- Brasage des formats dans un four de production selon le cycle thermique présenté figure 2.3. Une étape de séchage préalable au brasage est effectuée afin de retirer toute trace d'eau provenant de l'application du flux.
- Usinage des éprouvettes par électro-érosion dans le sens long des formats brasés. Les éprouvettes sont prélevées à raison d'une par format dans leur partie supérieure, le métal d'apport ayant coulé et formé une goutte dans la partie inférieure.

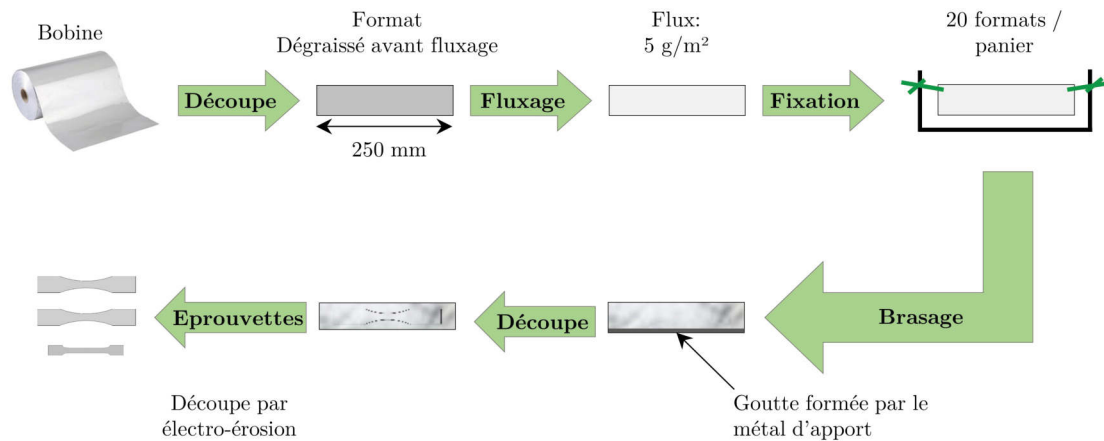


FIGURE 2.2 – Représentation schématique des étapes nécessaires à la préparation des éprouvettes de fatigue et de traction

Dans cette étude, toute la matière Std est issue de la même bobine et a été brasée en une seule fois afin de limiter au maximum la dispersion liée au brasage, ou à la composition chimique. Une centaine de formats et donc d'éprouvettes de fatigue Std ont ainsi été préparés (en plus d'une dizaine d'éprouvettes de traction). Les matières MC et UC ont été brasées ensemble mais durant une session de brasage différente de la matière Std. Le cycle thermique appliqué est le même pour toutes les matières et est présenté figure 2.3. Une centaine d'éprouvettes de fatigue MC et une trentaine de UC ont été préparées (ainsi qu'une dizaine d'éprouvettes de traction pour chaque matière).

2.2 Essais mécaniques

Les essais de tractions et fatigue ont été réalisés à -30°C , température ambiante et 120°C afin d'encadrer la température de fonctionnement du radiateur.

2.2.1 Essais de traction

Les essais de traction ont été réalisés sur une machine ZWICK Z030 du laboratoire matériaux de Valeo, équipée d'une cellule de force de 30kN, d'extensomètres de contact et d'une chambre climatique permettant d'effectuer des essais entre -70°C et $+250^{\circ}\text{C}$. Cette enceinte a été utilisée à -30°C et $+120^{\circ}\text{C}$. La géométrie des éprouvettes est donnée figure 2.4. Avant chaque essai, l'épaisseur et la largeur de chacune des éprouvettes ont été précisément mesurées respectivement à l'aide d'un Palmer à bouts ronds (diamètre de 6,5mm) et d'un pied à coulisse. Ces mesures ont

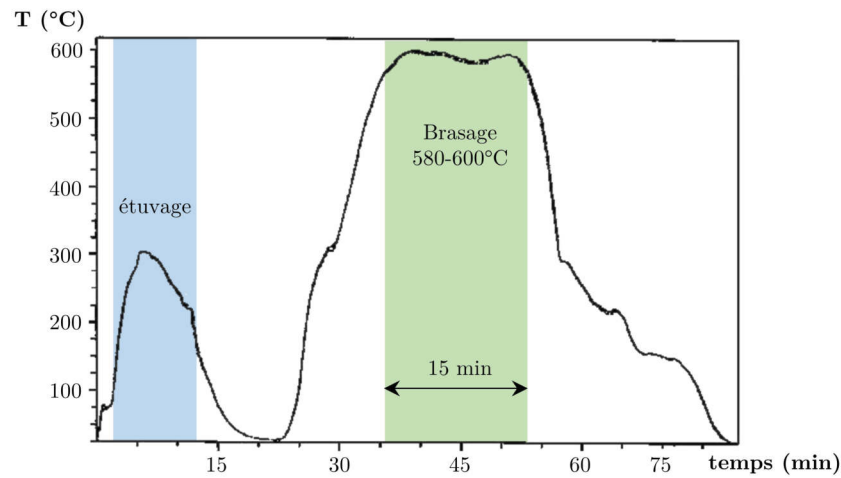


FIGURE 2.3 – Cycle thermique de brasage, représentatif du brasage des échangeurs thermiques, appliqués à la matière Std, MC et UC

été répétées trois fois et moyennées afin de calculer la section initiale de chaque éprouvette. Une fois serrée dans les mors, une précharge de 2 MPa a été appliquée à l'éprouvette puis l'essai a été lancé à une vitesse de déformation de $0,0025 \text{ s}^{-1}$ contrôlée par un système extensométrique. A noter, que le protocole de traction utilisé s'inscrit dans le référentiel de la norme ISO6892 :2009.

Par ailleurs, lors des tests à -30°C et $+120^\circ\text{C}$, un temps de 15 min minimum a été respecté avant de commencer l'essai afin d'atteindre l'équilibre thermique. La température a été contrôlée à l'aide d'un thermocouple placé sur l'éprouvette.

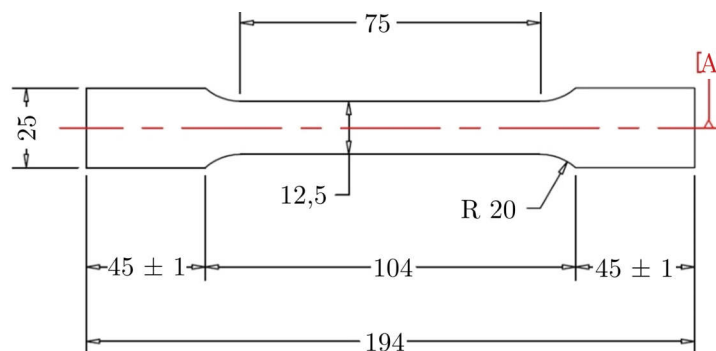


FIGURE 2.4 – Géométrie des éprouvettes pour les essais de traction (échelle en mm)

2.2.2 Essais de fatigue

A l'exception de la matière multicouche (MC), l'ensemble des essais de fatigue a été effectué sur une machine servo-hydraulique INSTRON 8516 du laboratoire MATEIS. Celle-ci est équipée d'une cellule de force de 5kN, de mors manuels ainsi que d'une enceinte climatique permettant de réaliser les essais à -30°C et $+120^\circ\text{C}$. La géométrie des éprouvettes ainsi que le montage ex-

périmental sont donnés respectivement figure 2.5.a et figure 2.5.b et .c. Les éprouvettes ont une section variable induisant une localisation préférentielle de l'endommagement dans la section minimale. La section initiale de l'éprouvette a été calculée en prenant la moyenne sur 9 mesures de l'épaisseur (réalisé avec un Palmer à bouts ronds) et par convention la largeur nominale de l'éprouvette à savoir 15,0 mm. En effet, les éprouvettes ayant une géométrie à section variable, il est très difficile de mesurer cette largeur. La concentration de contrainte a été estimée à l'aide du logiciel ANSYS. Un facteur théorique de concentration des contraintes $K_t = 1.037$ a été calculé. La contrainte dans la section minimale est donc 3.7% fois supérieure à la contrainte nominale appliquée. Néanmoins, dans la suite de ce manuscrit les contraintes annoncées feront toujours référence à une contrainte nominale (basée sur la mesure de la section initiale) ne tenant pas compte de l'allongement ni de la concentration de contrainte induite par la géométrie. Cette convention, bien que biaisant légèrement les résultats, a été prise dans un souci de commodité.

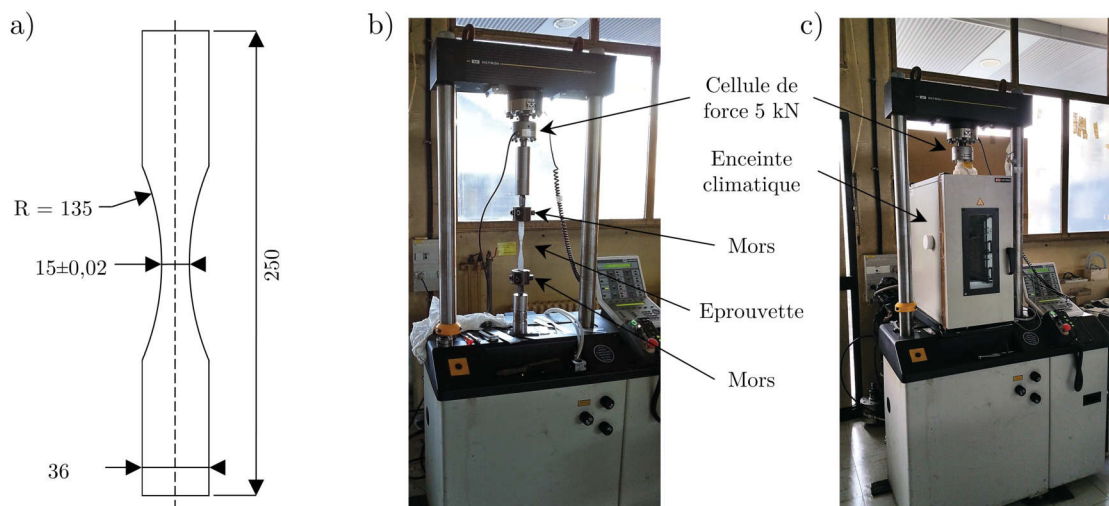


FIGURE 2.5 – a) Géométrie des éprouvettes pour les essais de fatigue (échelle en mm) - b) Dispositif expérimental pour les essais de fatigue à température ambiante c) Dispositif expérimental comportant l'enceinte climatique pour les essais à -30°C et $+120^{\circ}\text{C}$

Concernant le protocole expérimental, l'intégralité des essais de fatigue a été réalisée de façon uni-axiale, en contrôle de force avec un rapport de charge $R=0,1$, ceci afin de prévenir tout risque de flambement, à une fréquence sinusoïdale de 10 Hz. Afin d'éviter une surcharge lors des premiers cycles, le choix a été fait d'effectuer un chargement sinusoïdal progressif suivant une rampe linéaire durant les 300 premiers cycles. Ce chargement est effectué à partir de la charge moyenne, comme le montre la figure 2.6 (la charge moyenne étant atteinte par une rampe à 20N/s). A noter que ces 300 cycles n'ont pas été soustraits du nombre total de cycles à rupture. Ne représentant pas plus de 3% de la durée de vie en fatigue, ils seront considérés comme négligeables.

Les essais réalisés sur la matière MC (hors éprouvettes polies, voir paragraphe 2.4.1) ont été effectués sur une machine de fatigue ZWICK HC10 du laboratoire matériaux de Valeo équipée d'une cellule de force de 10kN et d'une enceinte climatique. Les conditions et protocoles expérimentaux sont identiques ; seule la fréquence d'essai de 30Hz est différente. Des essais croisés

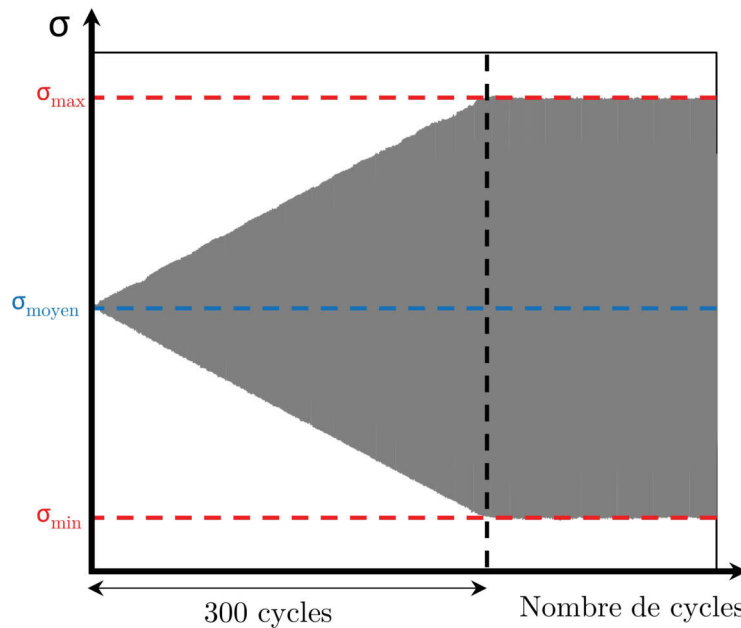


FIGURE 2.6 – Représentation du chargement progressif en début d'essai de fatigue

entre les deux machines ont été effectués ne montrant aucune différence. Les résultats obtenus pourront donc être discutés indépendamment de la machine utilisée.

2.2.3 Nanoindentation

Des essais de nanoindentation ont été réalisés afin de caractériser les propriétés mécaniques associées à la microstructure du matériau et notamment la couche de placage résiduelle présente à la surface des échantillons après brasage. Cette couche ne mesurant que quelques microns et étant sur le bord de l'échantillon (en coupe) ne permet pas l'utilisation de la microindentation. La nanoindentation permet de surpasser cette difficulté. Cette technique consiste à mesurer de façon continue et précisément la profondeur d'enfoncement d'un indenteur de géométrie connue dans un matériau en fonction de la charge appliquée dans le but d'obtenir ses propriétés élasto-plastiques. En effectuant un cycle charge-décharge une courbe caractéristique force-pénétration est obtenue. L'analyse de la courbe de décharge permet, via des modèles, de remonter au paramètre pertinent qu'est la surface de contact projetée entre l'indenteur et le matériau sous charge maximale. Il est alors possible de déterminer la dureté et le module d'Young du matériau étudié. Le modèle le plus utilisé est celui de Oliver et Pharr [OLI 92]. La dureté H (en Pa) s'exprime alors par le rapport entre la force maximale appliquée F_{zmax} par l'indenteur et l'aire de contact à profondeur et charge maximales $A_p(H_{cmax})$.

$$H = \frac{F_{zmax}}{A_p(H_{cmax})} \quad (2.1)$$

Les essais ont été réalisés sur un nanoindenteur Agilent G200 avec une pointe Berkovich de géométrie tétraédrique. La profondeur de l'indentation a été réglée, en fonction des essais, entre

300 et 1 000 nm. Les échantillons ont, au préalable, été polis pour obtenir une surface miroir selon la procédure décrite ci-après.

2.3 Techniques de caractérisations

2.3.1 Préparation et attaques chimiques avant microscopie optique

Les échantillons nécessitant d'être observés en coupe ont systématiquement été enrobés à froid à l'aide d'une résine transparente de type méthacrylate (KM-U¹ ou Clarocit²). Les différentes étapes de polissage ont été réalisées à l'aide d'une polisseuse manuelle MetaServ 250³. La gamme de polissage est donnée ci-après :

- Polissage sur papier carbure de silicium avec lubrification à l'eau : granulométrie P320, P800, P1200 puis P2500
- Polissage à la pâte diamantée DiaPro Dur² 3 μ m sur un feutre de type MD-Dur²
- Polissage mécano-chimique de finition à l'OPS sur feutre de type MD-Chem². Le premier rinçage se fait à l'eau puis est suivi d'un rinçage à l'éthanol et d'un séchage à l'air chaud.

Afin de révéler la microstructure une attaque au réactif de Keller est réalisée. Celle-ci consiste à immerger l'échantillon poli pendant environ 30 secondes dans une solution aqueuse composée de 1mL d'acide fluorhydrique, 3mL d'acide chlorhydrique et de 5mL d'acide nitrique, le tout dans 191mL d'eau dé-ionisée. Cette attaque permet, dans notre cas, une mise en évidence des différents matériaux, des limites placages/âme, des intermétalliques en présence et des joints de grains.

L'attaque Keller reste toutefois limitée pour la révélation des grains. Dans ce cas, l'oxydation anodique lui sera préférée. Cette attaque électrochimique consiste en l'application, sur un échantillon préalablement poli miroir, d'une tension de 20V avec un ampérage résultant de l'ordre 0.001 à 0.1 mA pendant environ 90 secondes dans une solution aqueuse d'acide tétra-fluoroborique. A l'issue de l'attaque, l'utilisation d'un microscope optique en lumière polarisée permet d'observer clairement les grains du fait d'une différence de couleur correspondant à une différence d'orientation cristalline. Toutes les attaques ont été réalisées à l'aide d'une polisseuse électrolytique Struers Lectropol-5.

2.3.2 Microscopie électronique

Dans le cadre de cette étude différents équipements ont été utilisés :

- **Les observations fractographiques** ont été réalisées sur deux microscopes : Le Zeiss Supra-55 VP équipé d'une pointe FEG (Field Emission Gun) du laboratoire MATEIS et le Hitachi SU1510 possédant un filament en tungstène du laboratoire matériaux de Valeo.

1. Ces appellations font référence à des produits de la société PRESI
2. Ces appellations font référence à des produits de la société STRUERS
3. Ces appellations font référence à des produits de la société BUEHLER

- **Les analyses qualitatives de la microstructure (EDX)** ont été réalisées sur le MEB Hitachi Su1510 de Valeo équipé d'une sonde UltraDry EDS de chez ThermoFisher scientific. Le traitement des données a été réalisé à l'aide du logiciel NSS
- **L'analyse quantitative de la microstructure** a été effectuée à l'aide d'une microsonde de Castaing ou EPMA (Electron Probe Micro-Analysis) Cameca SX100 à filament de tungstène équipé de 5 spectromètres du C-TEC Constellium.
- **La structure et l'orientation cristalline des grains** a été déterminée par analyse EBSD (Electron BackScatter Diffraction) sur le microscope Zeiss Supra-55 VP équipé d'un détecteur HKL du laboratoire MATEIS. Les données ont été traitées avec le logiciel Channel 5.

2.3.2.1 Fractographie

Les faciès de rupture des éprouvettes ont été observés à des grossissements compris entre $\times 50$ et $\times 1000$ en mode électrons secondaires avec une tension d'accélération de 15 ou 20 kV dans le cas du MEB Hitachi et de 10 kV dans le cas du MEB Zeiss à une distance de travail comprise entre 5 et 15 mm. Les faciès ont été prélevés par découpe des têtes d'éprouvettes. Ces observations permettent d'obtenir des détails sur les modes de fissuration grâce à l'identification des différents types de faciès (stries de fatigue, cupules témoignant d'une rupture ductile...) et d'identifier la zone d'amorce.

2.3.2.2 EDX

Les analyses en spectroscopie dispersive en énergie X ont été réalisées à une distance de travail de 15mm avec une tension d'accélération de 20 kV. Cette technique présente l'avantage de pouvoir traiter des échantillons massifs et a permis d'établir des cartographies de la répartition des éléments après le brasage à la surface des éprouvettes de fatigue et également dans l'épaisseur de celles-ci. Ces analyses restent cependant pseudo-quantitatives.

2.3.2.3 EPMA

Contrairement aux analyses EDX, l'EPMA présente l'avantage de procurer des données quantitatives de la microstructure. En effet ce système utilise un spectromètre de rayon X à dispersion de longueur d'onde aussi appelé WDS (Wavelength Dispersive Spectrometer). Ce système permet, via l'utilisation d'un monochromateur, de filtrer par diffraction le faisceau polychromatique de rayons X issu de l'échantillon et, de ce fait, d'atteindre une résolution spatiale bien plus fine que ce qui peut être atteint en EDX. Le principe de fonctionnement et les principales caractéristiques techniques de ce système sont largement décrits dans la littérature [RUS 16b, RUS 16a] et ne seront pas plus détaillés ici. L'utilisation de plusieurs WDS permet les analyses simultanées de différents éléments. Dans notre cas, 5 éléments ont été quantifiés : Al, Si, Mn, Fe et Cu. Des cartographies et des lignes de profils ont été établies sur des échantillons préalablement polis miroir parallèlement à la surface et dans l'épaisseur.

2.3.2.4 EBSD

Afin de déterminer la cristallographie des échantillons avant et après essais de fatigue et d'étudier son influence sur l'amorçage et la propagation des fissures, des analyses EBSD ont été réalisées. Sous l'impact d'un faisceau d'électrons incidents fixé en un point d'un cristal, les électrons rétrodiffusés peuvent, conformément à la loi de Bragg, être diffractés :

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda \quad (2.2)$$

Avec d_{hkl} la distance inter-réticulaire, θ l'angle de diffraction, λ la longueur d'onde des électrons incidents et n un nombre entier donnant l'ordre de diffraction.

Les électrons rétrodiffusés remplissant la condition de Bragg se retrouvent dans des cônes de rayons diffractés. L'intersection de ces cônes avec le plan d'un écran fluorescent fait apparaître un diagramme de bandes quasi rectilignes appelé diagramme de "pseudo-Kikuchi" ou de Kikuchi. En connaissant la distance de la zone d'analyse à l'écran et la longueur d'onde du faisceau d'électron incident λ , la mesure de la position de ces bandes permet de déterminer la suite des angles de diffractions 2θ , d'en déduire l'espacement inter-réticulaire d_{hkl} des familles de plans diffractant pour indexer chaque bande et donc déterminer l'orientation locale du cristal diffractant.

Dans la pratique, l'indexation se fait automatiquement lors de l'analyse, l'écran fluorescent est couplé à une caméra CCD et à un système informatique, l'utilisateur déclare la structure cristallographique des phases constitutives avant le début de l'acquisition ce qui permet l'indexation. L'échantillon est tilté à 70° ce qui permet d'optimiser la diffraction. La tension d'accélération est réglée à 10kV et la distance de travail à 13mm. Dans ce manuscrit, les zones en noir correspondent aux zones non-indexées (ne diffractant pas) les autres couleurs représentant chacune une orientation cristallographique. Les grains sont définis comme étant des zones où la désorientation n'excède pas un angle de 5° dans ce travail.

Par ailleurs, afin d'obtenir des clichés de diffraction exploitables et une bonne indexation, il est nécessaire que l'échantillon présente le moins d'écrouissage de surface possible. Le polissage mécanique pouvant conduire à un écrouissage en surface, une étape de préparation supplémentaire est nécessaire pour l'EBSD. Dans ce travail, celle-ci consiste en une étape de polissage ionique. L'équipement utilisé est une polisseuse Ilion II de chez Gatan. On distinguera deux cas selon que l'échantillon doit être observé en coupe ou dans un plan parallèle à la surface :

- **Préparation en coupe** : l'échantillon est découpé à la scie à fil de tel sorte que ses dimensions longueur x largeur x épaisseur n'excèdent pas 8 x 8 x 2 mm. L'épaisseur des échantillons étant de 0.27mm maximum dans le cadre de cette étude aucun amincissement n'est requis. Ceux-ci sont alors collés à la laque d'argent sur un support en titane sans polissage préalable. C'est le faisceau d'ions perpendiculaire à l'échantillon qui vient abraser et polir la zone d'analyse comme le montre la figure 2.7.a. La tension est réglée à 6 keV, les angles des canons à 0° et la rotation à 3 rpm. Un temps d'abrasion de 2h30 environ est nécessaire pour traverser l'échantillon dans son épaisseur.
- **Préparation dans le plan ou "planar"** : l'échantillon est découpé à la scie à fil de telle sorte que ses dimensions longueur x largeur x épaisseur n'excèdent pas 8 x 8 x 2,5 mm, aucun amincissement n'est donc requis dans notre cas. Avant d'être collé à la laque d'argent sur le support, les échantillons doivent être polis miroir selon le protocole déjà

présenté. L'échantillon est ensuite placé dans l'Illion, la tension est réglée sur 6 keV, la rotation sur 3 rpm et les angles des canons sur 6° afin d'obtenir un faisceau rasant venant polir la surface (figure 2.7.b). Environ 15 min sont nécessaires pour obtenir un échantillon poli dont l'écroutissage de surface a été retiré.

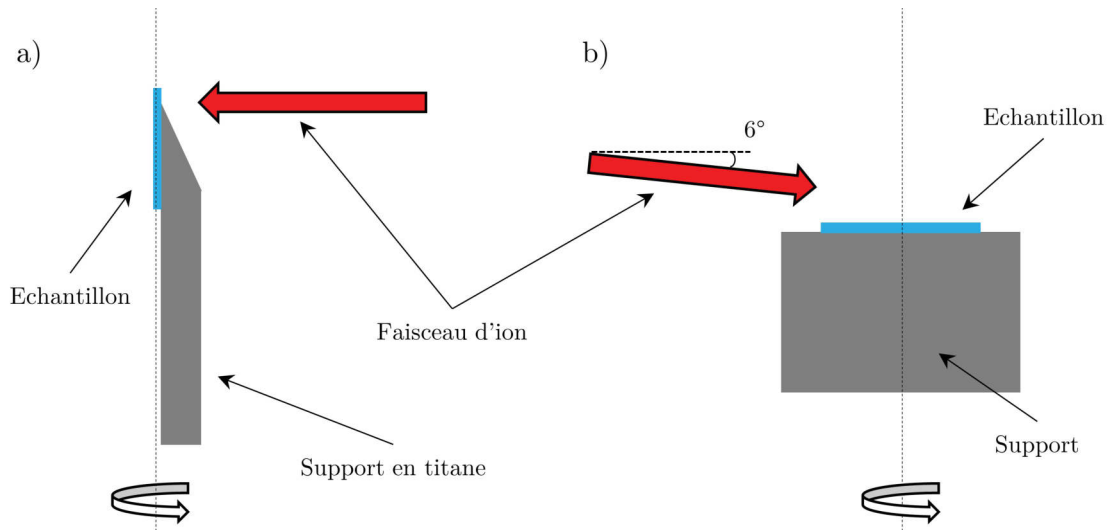


FIGURE 2.7 – Schéma représentant le principe du polissage ionique dans le cas a) d'un polissage en coupe et b) d'un polissage dans un plan parallèle à la surface

2.3.3 Tomographie aux rayons X

Issue du monde médical, la tomographie est utilisée depuis de nombreuses années dans différents domaines industriels dont la science des matériaux. Il s'agit d'une technique non destructive basée sur l'absorption des rayons X et qui permet la reconstruction "en coupe" d'un objet à trois dimensions. Au sein du laboratoire MATEIS, cette technique est notamment utilisée pour suivre et détecter l'endommagement en fatigue [DEL 11, LAC 14, DEZ 16]. Dans la suite de cette section, les principes généraux ainsi que les différentes sortes de tomographies employées seront brièvement présentées. Pour de plus amples informations, le lecteur pourra se référer à une étude très complète réalisée par Buffière *et al.* [BUF 14].

2.3.3.1 Principe général

La radiographie aux rayons X est basée sur la loi de Beer-Lambert qui calcule, le long d'un trajet donné des rayons X au sein de la matière, le rapport entre le nombre de photons transmis N et le nombre de photons incidents N_0 [MAI 04].

$$\frac{N}{N_0} = \exp \left[- \int_s \mu(s) ds \right] \quad (2.3)$$

Ce rapport, comme le montre l'équation 2.3, est fonction du coefficient d'absorption (ou d'atténuation linéique) $\mu(s)$ du matériau le long du trajet s . Ce coefficient va dépendre du nombre

atomique Z , de la masse volumique des matériaux traversés ainsi que de l'énergie des photons incidents. Ainsi chaque point du détecteur placé derrière un objet irradié reçoit un nombre de photons qui va dépendre du chemin parcouru. Pour un matériau homogène ce nombre ne dépend que de l'épaisseur traversée alors que dans le cas d'un matériau hétérogène il dépend également de l'atténuation locale en tout point du matériau. Un matériau contenant des phases présentant un numéro atomique très différent aura un fort contraste d'absorption. A l'inverse, si le matériau contient deux phases présentant un numéro atomique proche (par exemple l'aluminium et le silicium) alors ce contraste ne sera pas suffisant. Ce problème peut toutefois être contourné en utilisant un contraste de phase [BUF 14].

Le principe général de la tomographie à rayon X est donné figure 2.8. L'objet à imager est placé sur la trajectoire du faisceau de rayon X. La partie transmise des rayons X est convertie par un scintillateur en lumière visible. Ce signal, qui correspond donc à une projection de l'échantillon, est ensuite numérisé par une caméra CCD. Ces images, appelées radiographies contiennent l'intégralité de l'information volumique contenue dans un plan. En combinant ces radiographies prises sous différents angles, il est possible de reconstituer la tranche de matériau traversée [KAK 88]. L'acquisition d'une série de radiographies à intervalle angulaire régulier sur 180° (ou 360° dans le cas de la tomographie de laboratoire du fait de la forme conique du faisceau de rayons X) est alors appelée un scan. Le volume est ensuite obtenu par reconstruction numérique via un algorithme de type rétroprojection filtrée [KAK 88].

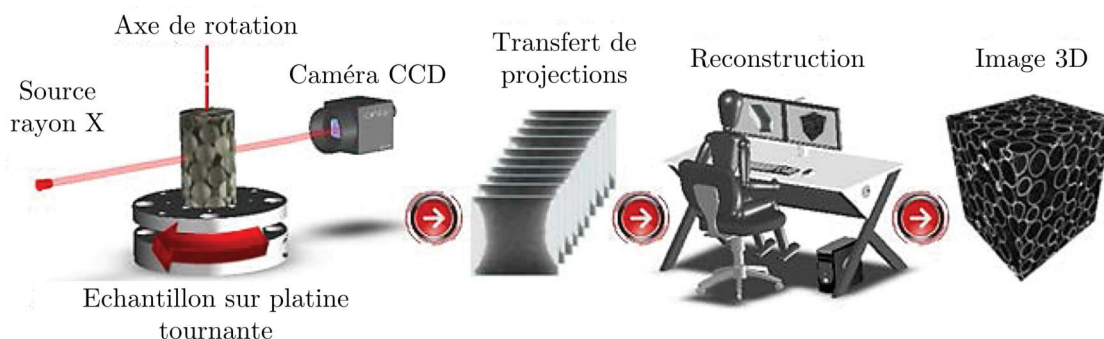


FIGURE 2.8 – Représentation schématique du principe de la tomographie en rayons X [FER 15]

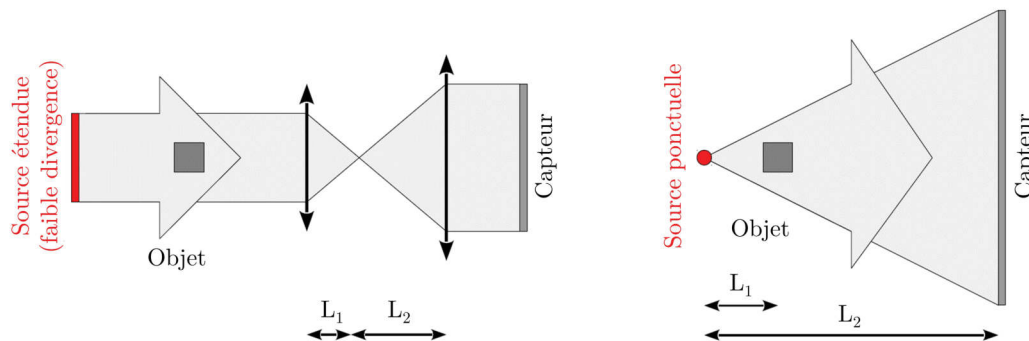
2.3.3.2 Différence entre tomographie de laboratoire et synchrotron

Les principales différences entre tomographie de laboratoire et synchrotron tiennent en la puissance de la source, la forme et la cohérence du faisceau.

- **Dans le cas du synchrotron**, les rayons X sont issus de la déviation d'un faisceau d'électrons accéléré à grande vitesse dans un anneau de stockage. Le faisceau obtenu est de haute énergie, parallèle et possède une grande brillance ce qui autorise des temps de pose très courts, un bon rapport signal sur bruit et l'utilisation de monochromateur. Le grandissement de la grille de pixel de la caméra CCD est artificiellement assuré par un système

optique comme le montre la figure 2.9.a. Du fait de la très grande brillance du rayonnement synchrotron, les tailles de pixel peuvent être fortement réduites tout en conservant un bon rapport signal sur bruit. Des résolutions de l'ordre du dixième de microns sont classiquement atteintes et peuvent descendre jusqu'à 25 nm [FER 15].

- **Les tomographes de laboratoire** utilisent un tube sous vide dans lequel les électrons sont accélérés et projetés sur une cible en tungstène par différence de potentiel électrique. Le faisceau de rayon X obtenu est polychromatique et de forme conique. Du fait de cette forme, la taille de pixel dépend du rapport des distances source-objet sur source-capteur ce qui permet de faire varier facilement la taille de pixel comme le montre la figure 2.9.b. Celle-ci pouvant aller de $0,5\mu\text{m}$, lorsque que l'objet est très proche de la source, à quelques millimètres en augmentant cette distance. Par ailleurs, la forme conique du faisceau implique l'utilisation d'un algorithme de reconstruction plus complexe nécessitant une rotation complète de l'échantillon sur 360° .



a) Tomographie de synchrotron: faisceau parallèle b) Tomographie de laboratoire: faisceau conique

FIGURE 2.9 – Comparaison des deux méthodes classiques de tomographie : a) par faisceau parallèle dans le cas d'un synchrotron où le grandissement est réalisé par un système optique, b) par un faisceau conique pour la tomographie de laboratoire où le grandissement est défini par la distance source objet. Dans les deux cas, le grandissement obtenu est $\gamma = \frac{L_2}{L_1}$ [LAC 14]

2.3.3.3 Tomographie de laboratoire

Dans ce travail, un tomographe du laboratoire MATEIS a été utilisé. Il s'agit d'un EasyTom de chez RX Solution permettant l'acquisition de scan à très haute résolution avec une taille de voxel pouvant descendre jusqu'à $0.3\mu\text{m}$. Cet appareil a notamment été utilisé pour observer la géométrie des fissures après essais de fatigue. Les scans ont été réalisés avec une taille de voxel de $0,7\mu\text{m}$. Pour atteindre cette résolution l'échantillon doit être placé très près de la source tout en permettant une rotation sur 360° . Les éprouvettes contenant les fissures ont été découpées à la scie à fil en forme d'allumettes ayant une largeur comprise entre 500 et $1000\mu\text{m}$, une longueur de l'ordre du centimètre (permettant de contenir toute la fissure) et l'épaisseur étant celle de l'éprouvette de fatigue.

Les volumes ont été reconstruits au format 16 bits puis analysés à l'aide du logiciel de traitements d'images Fiji. Un exemple d'échantillon préparé pour la tomographie de laboratoire est donné figure 2.10.a et une coupe reconstruite réalisée selon les pointillés en jaune est donnée figure 2.10.b.

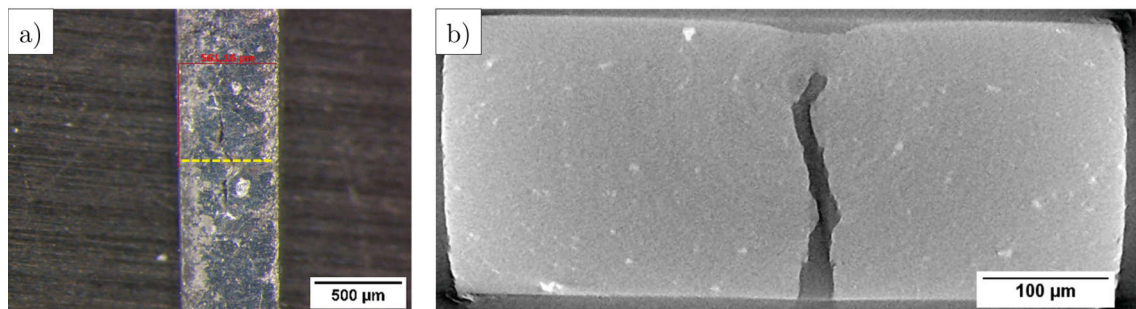


FIGURE 2.10 – Exemple de préparation d'échantillon pour la tomographie de laboratoire a) photo optique de l'échantillon découpé et b) coupe reconstruite réalisée selon les pointillés jaunes

2.3.3.4 Tomographie en rayonnement synchrotron

Des essais de fatigue *in-situ* ont été réalisés sur la ligne de lumière ID11 de l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) à Grenoble. Le protocole expérimental de cette expérience est donné paragraphe 2.4.2. Les acquisitions en contraste de phase ont été réalisées avec une taille de voxel de $0.7\mu\text{m}$ à l'aide d'une caméra CCD de 2048×2048 pixels. Le champ de vue étudié est donc de l'ordre de 1.4mm . Une fois reconstruits, les volumes ont été analysés à l'aide des logiciels Fiji et ParaView.

2.3.4 Laminographie aux rayons X de laboratoire

Le suivi des mécanismes d'endommagement *in-situ* en 3D est donc rendu possible par la tomographie que ce soit en rayonnement synchrotron ou laboratoire. Cependant ce type d'étude requiert l'utilisation d'échantillons de très petite taille, (notamment pour des questions de résolution), de l'ordre de quelques millimètres [BUF 10]. L'étude d'éprouvettes dont l'une des dimensions est étendue est donc rendue impossible à cause de contraintes géométriques et ou de la trop forte absorption le long de la direction allongée. Dans le cas d'échantillons plats, la laminographie au rayon X apparaît alors comme une bonne alternative.

La laminographie par rayonnement synchrotron X a été utilisée depuis des années pour étudier ce type d'échantillon [MOR 11, MAU 12]. L'acquisition d'images en haute résolution de qualité comparable à celles réalisées en tomographie synchrotron a été obtenu [HEL 05]. Cependant, l'accès à une source de rayonnement synchrotron est limité. Afin de surmonter cette difficulté, la solution consiste en l'utilisation d'un tomographe de laboratoire. Bien que couramment utilisé [WAK 08], celle-ci n'a, à notre connaissance, jamais été utilisée dans le cas d'essais

de fatigue in-situ.

Dans le cas de la laminographie de laboratoire, le faisceau de rayon X n'est pas parallèle, le grossissement de l'objet dépend seulement du ratio entre la distance objet-source et détecteur-source (voir figure 2.9). Ainsi, pour atteindre une résolution inférieure au micron ; qui est ee pour observer la propagation d'une fissure en fatigue, l'objet doit être placé très près de la source de rayon X ce qui rend impossible la rotation d'un échantillon plat. Cette difficulté à été dépassée par le développement de méthodes qui nécessitent, par exemple, seulement la translation de l'objet [ZHO 96, GON 99] ou dans notre cas les translations de la source, de l'objet et du détecteur. Grâce à la forme conique du faisceau et des mouvements de la source et du détecteur dans le plan XY additionné à ceux de l'objet suivant l'axe y, l'échantillon est irradié sous des angles changeant consécutivement (voir figure 2.11). L'acquisition de l'ensemble des projections, contenant les informations de structure sur tous les plans de l'objet, permet la reconstruction de l'échantillon.

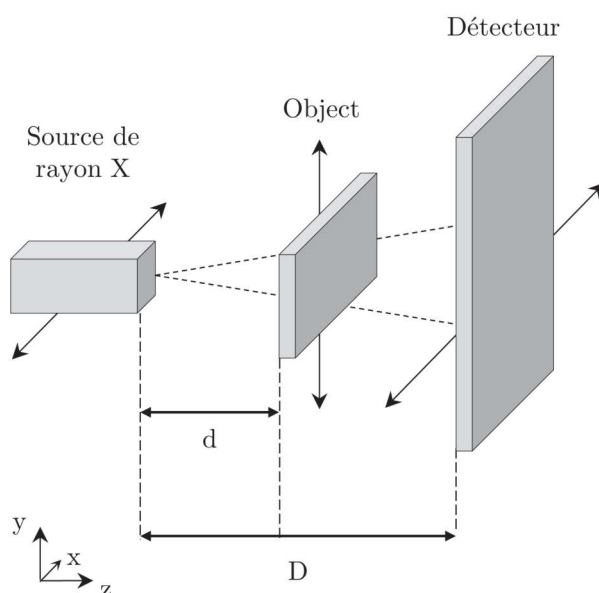


FIGURE 2.11 – Vue schématique du montage expérimental utilisé en laminographie de laboratoire

2.4 Techniques de suivi des mécanismes d'endommagement

2.4.1 Méthode de suivi optique

Dans le but de pouvoir observer la zone d'amorçage et la propagation des fissures, un protocole spécial a été mis en place. Il consiste en l'observation *ex-situ*, durant un essai de fatigue, des éprouvettes à l'aide d'un microscope optique. Ce protocole a été appliqué aux trois matières de cette étude à savoir la matière Std, MC et UC.

2.4.1.1 Préparation des échantillons

Afin d’observer la zone d’amorçage et la propagation des fissures, les éprouvettes de fatigue doivent être préalablement polies. Le choix a été fait de les polir à la fois sur les faces et également sur les tranches. Le protocole de polissage est similaire à celui décrit dans le paragraphe 2.3.1, mais a été adapté :

- Polissage sur papier aux carbures de silicium avec lubrification à l’eau : granulométrie P1200 puis P2500
- Polissage à la pâte diamantée DiaPro Dur $3\mu\text{m}$ sur un feutre de type MD-Dur
- Polissage à la pâte diamantée DiaPro Dur $1\mu\text{m}$ sur un feutre de type MD-Dur. Le premier rinçage se fait à l’eau puis est suivi d’un rinçage à l’éthanol et d’un séchage à l’air chaud.

Cette gamme s’arrête au polissage à la pâte diamantée de $1\mu\text{m}$ et ne va pas jusqu’à l’OPS afin d’éviter une attaque chimique de celui-ci. Les éprouvettes étant très fines le polissage de leur tranche n’est pas une chose aisée, pour simplifier cette étape, les éprouvettes ont été empilées et polies par groupe de 10.

2.4.1.2 Protocole expérimental

Comme dans le cas des éprouvettes non polies, les éprouvettes de fatigue polies sont mesurées à l’aide d’un palmer à bout rond. Neuf mesures sont effectuées autour de la zone utile, la valeur moyenne étant conservée. A noter que les opérations de polissage retirent environ $5\mu\text{m}$ de chaque coté de l’éprouvette. Concernant la largeur, la valeur nominale (à savoir 15 mm) a été retenue.

Toutes les éprouvettes polies ont été évaluées à température ambiante sur la machine de fatigue INSTRON du laboratoire MATEIS précédemment décrite. Les paramètres d’essais sont les mêmes que pour les éprouvettes non polies.

Afin de pouvoir détecter la zone d’amorçage et la propagation des fissures une zone d’intérêt à été définie. Visible sur la figure 2.12 et représentée par un cadre rouge, cette zone correspond à un rectangle d’environ 1,5cm de coté au centre de la section utile de l’éprouvette. Cette zone d’intérêt comprend les deux faces et les deux tranches de l’éprouvette.

Avant chaque essai, l’intégralité de la zone d’intérêt à été observée au microscope optique et prise en photo à un grossissement $\times 5$. Les éventuels défauts (dûs au polissage ou au brasage par exemple) et autres hétérogénéités microstructurales, étant des sites potentiels d’amorce, sont systématiquement pris en photo à un grossissement $\times 10$.

Une fois l’état initial caractérisé, l’éprouvette est placée dans la machine de fatigue. Le premier cycle est réalisé à l’aide d’une rampe jusqu’à la contrainte maximale à une vitesse de 20N/s , puis l’éprouvette est déchargée et démontée. L’intégralité de la zone d’intérêt est alors une nouvelle fois observée. Tous les défauts (y compris les joints de grains cassés) sont pris en photos à un grossissement de $\times 10$.

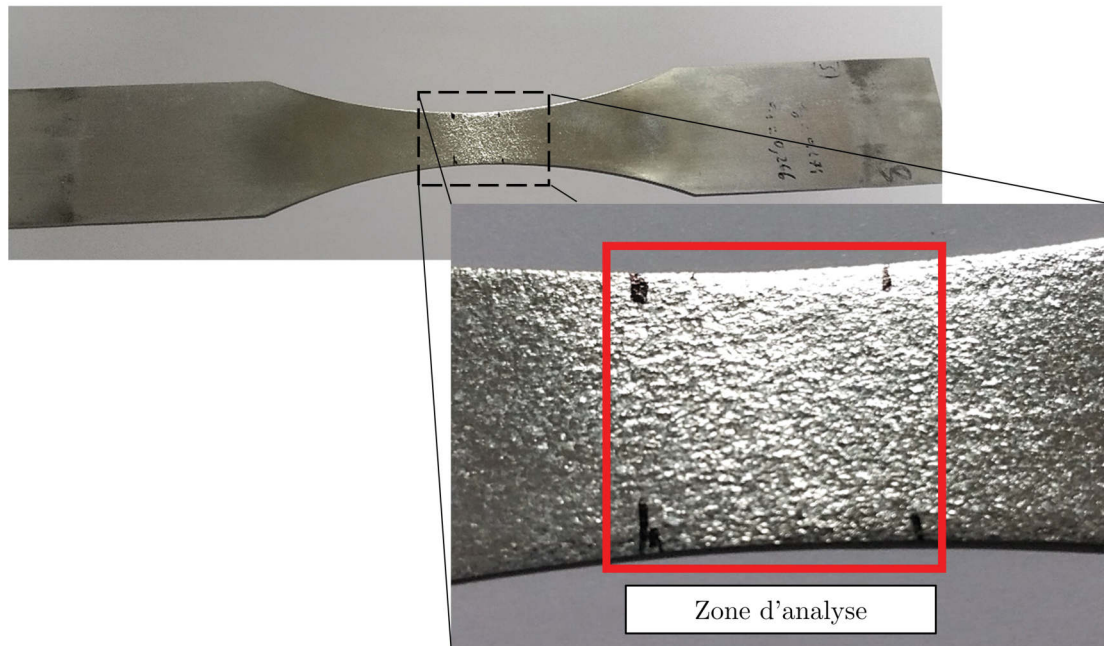


FIGURE 2.12 – Photos prises après le premier cycle (145MPa) d'une éprouvette de fatigue polie. La zone encadrée en rouge correspond à la zone analysée pendant l'essai de suivi de fissuration

L'éprouvette est alors remontée sur la machine de fatigue puis un essai est lancé pour un nombre de cycles donné. L'échantillon est démonté, observé et tous les défauts et hétérogénéités microstructurales sont photographiés avant d'être remonté sur la machine de fatigue. Cette démarche est répétée jusqu'à l'observation de la propagation d'une ou de plusieurs fissures.

Lorsqu'une fissure est détectée l'intervalle entre deux observations est réduit progressivement puis l'essai est interrompu avant la rupture finale de l'éprouvette. Cela permet par exemple l'analyse en tomographie de laboratoire de la fissure, ou en EBSD avant que celle-ci ne soit traversante.

Cette méthode permet d'avoir un historique complet des défauts, de l'état initial avant essai, à l'amorçage puis à la propagation de la fissure. Afin de pouvoir suivre plus aisément cette évolution, les photos issues d'un même défaut ont été traitées avec le logiciel Fiji et notamment alignées à l'aide du plugin "StackReg". Grâce à cela, la détection de l'amorçage et des premiers instants de la propagation est facilitée.

2.4.2 Méthode de suivi par rayonnement synchrotron

La méthode par suivi optique mise en place présente les avantages d'être simple, rapide et peu coûteuse. Cependant, celle-ci montre plusieurs défauts :

- son caractère *ex-situ*, avec le démontage et le remontage des éprouvettes qui peuvent

influencer l'essai

- la nécessité de polir l'échantillon qui peut également influencer le comportement en fatigue des éprouvettes
- l'accès aux informations de surface uniquement.
- son caractère fastidieux, puisque tous les défauts doivent être repérés, suivis et photographiés pendant un essai pour espérer observer celui ou ceux qui vont permettre l'amorçage de la fissure.

Afin de dépasser ces limitations, des essais de fatigue *in-situ* avec suivi de l'amorçage et de la propagation par tomographie en rayonnement synchrotron ont été développés. Pour plus de détails sur ce type d'essais, le lecteur pourra notamment se reporter au travail de Buffière *et al.* [BUF 10].

2.4.2.1 Préparation des échantillons

La réalisation d'essais de fatigue *in-situ* doit répondre à plusieurs contraintes et notamment de design des éprouvettes quand à la machine utilisée et aux paramètres d'acquisition. Comme déjà évoqué, une résolution de $0.7\mu\text{m}$ couplée aux caractéristiques de la caméra CCD, impose un champ de vue cylindrique de l'ordre de 1.4mm de diamètre. La zone utile des micro-éprouvettes ne devra donc pas dépasser cette valeur. De plus la machine utilisée impose une longueur ne dépassant pas 14mm et une largeur n'excédant pas 2,5mm.

Deux sortes d'éprouvettes répondant à ces contraintes géométriques ont été utilisées et sont données figure 2.13. Les éprouvettes (A), possédant une largeur minimale de 1.0mm au niveau de la zone utile (figure 2.13.a) ont été utilisées pour la matière UC. Cependant devant le nombre important de casses dans les têtes des éprouvettes, une seconde géométrie (B) donnée figure 2.13.b présentant une largeur réduite à 0.7mm au niveau de la zone utile a été employée pour la matière Std.

Les éprouvettes ont toutes été extraites de tôles après brasage par électro-érosion de telle sorte que la longueur de l'éprouvette corresponde aux sens de laminage. A noter que les trous ont été percés et non découpés par électro-érosion. Afin de limiter encore d'avantage les casses au niveau des têtes des éprouvettes (géométries A et B), celles-ci ont été renforcées par collage de plaques trouées provenant de têtes d'éprouvettes non-utilisées.

2.4.2.2 Protocole expérimental

La machine de fatigue *in-situ* employée est donnée figure 2.14.a et b. Il s'agit d'une machine piézoélectrique pilotée par un générateur de tension. En jouant sur la différence de potentiel aux bornes du piézoélectrique, celui-ci va plus ou moins se contracter. L'axe de la machine est solidaire du piézoélectrique et va donc être entraîné par celui-ci. Le tube en quartz joue le rôle du bâti de la machine et des goupilles sont utilisés pour fixer l'éprouvette. En se déplaçant, l'axe exerce une contrainte sur l'échantillon qui peut être lue grâce à des jauges de déformation

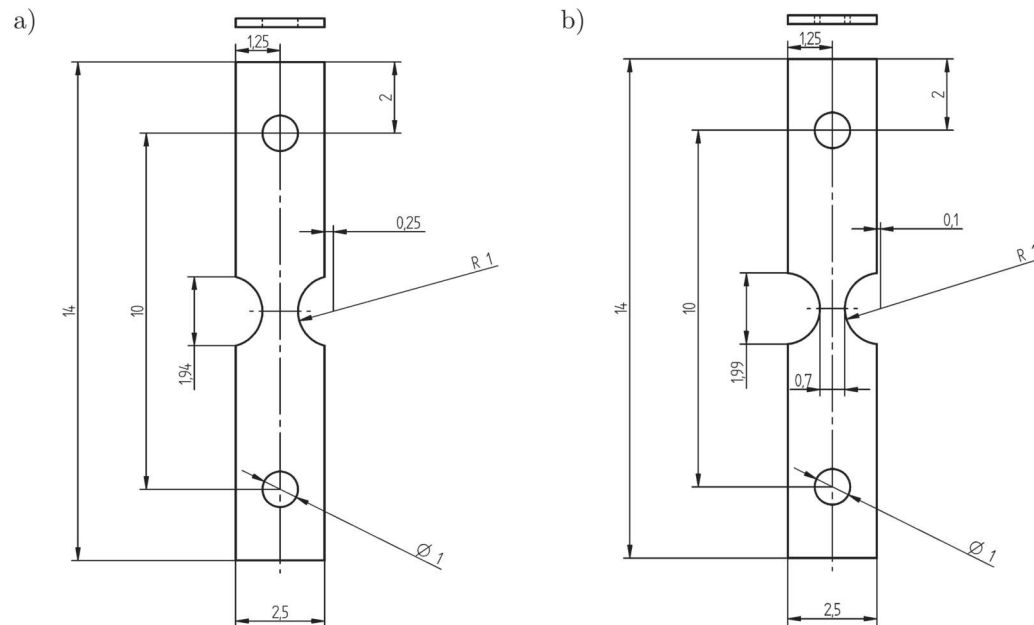


FIGURE 2.13 – Schéma des éprouvettes utilisées pour le suivi *in-situ* des mécanismes d'endommagement à l'ESRF a) éprouvette présentant une largeur minimale de 1.0mm au niveau de la zone utile, utilisée pour la matière UC et b) éprouvette présentant une largeur minimale de 0.7mm au niveau de la zone utile, utilisée pour la matière Std

placées à la base de l'axe et préalablement étalonnées.

Avant de débiter l'essai, une légère précharge, inférieure à la limite élastique de l'éprouvette, est appliquée à l'aide de la bague de serrage. Les paramètres d'essais sont :

- Pilotage en déplacement imposée (avec un rapport de charge $R=0.1$)
- Fréquence 50Hz
- Signal sinusoïdal
- Température ambiante

La mise en charge de l'éprouvette a été faite de façon progressive par palier jusqu'à la contrainte maximale de l'essai de fatigue ce qui a permis l'acquisition de scans à différents chargements. Une fois la contrainte maximale atteinte, l'essai de fatigue est lancé. Le cyclage est interrompu à intervalles de temps réguliers pour permettre la réalisation de scans. Ceux-ci sont effectués sous charge (de l'ordre de la contrainte moyenne). Une fois la fissure détectée, les scans sont réalisés à intervalles de temps de plus en plus rapprochées jusqu'à la rupture finale de l'éprouvette.

2.4.3 Laminographie

Le suivi des mécanismes d'endommagement par laminographie représente un bon compromis entre le suivi optique et les essais *in-situ* au synchrotron. En effet, cette méthode permet

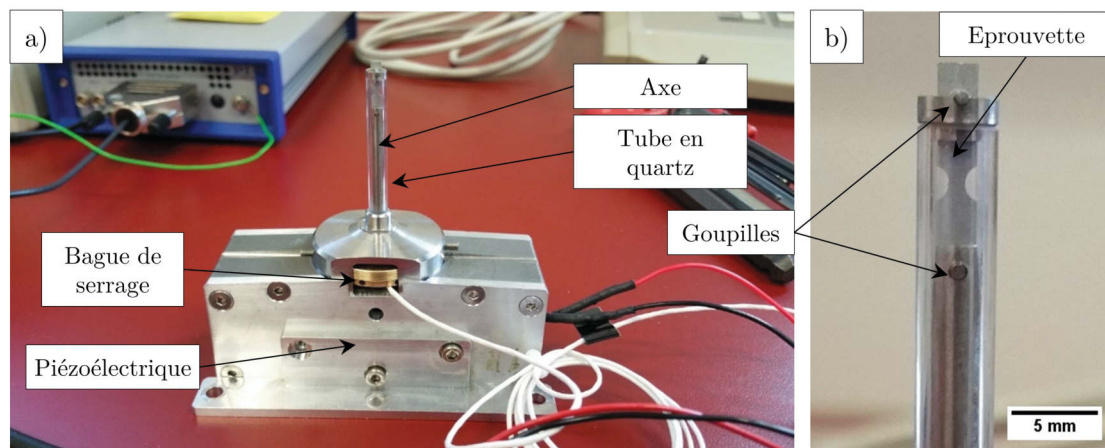


FIGURE 2.14 – Photos de la machine de fatigue piézoélectrique utilisée pour les essais *in-situ*. a) Vue générale de la machine, b) agrandissement montrant la fixation de l'éprouvette

l'utilisation d'échantillons macroscopiques (polis ou non) et d'avoir accès aux informations du volume tout en étant plus facile d'accès et moins coûteuse que la tomographie en rayonnement synchrotron. Cette technique présente néanmoins quelques limitations notamment en terme de résolution suivant l'axe z.

Pour ces travaux de thèse, les essais ont été réalisés de façon *ex-situ*. Cependant, l'implantation d'une machine de fatigue à l'intérieur du tomographe est tout à fait possible et couramment réalisé au sein du laboratoire MATEIS [LAC 14].

2.4.3.1 Préparation des échantillons

Les essais ont été réalisés sur les éprouvettes de fatigue macroscopiques utilisées pour le suivi optique des mécanismes d'endommagement, leur préparation est décrite au paragraphe 2.4.1.1.

2.4.3.2 Protocole expérimental

Les éprouvettes étant macroscopiques, c'est la machine de fatigue INSTRON 8516 qui a été utilisée selon le protocole précédemment décrit. Dans le but de détecter plus aisément la propagation des fissures, la laminographie a été couplée avec un suivi par microscopie optique des fissures (voir paragraphe 2.4.1).

Une fois la propagation confirmée, un scan de laminographie est alors réalisé à l'aide du tomographe EasyTom de RX Solution. Afin d'éviter les mouvements parasites, les éprouvettes sont fixées sur une plaque de plexiglas qui est placée tout prêt de la source de rayon X dans le but d'assurer une résolution inférieure au micron, voir figure 2.15. Avec une taille de voxel de $0.7 \mu\text{m}$ dans le plan XY et $1.45 \mu\text{m}$ selon l'axe z, la taille de la région étudiée est de $900*600*400 \mu\text{m}$, suffisante pour l'observation entière de la fissure. Les translations de l'objet suivant l'axe y sont de l'ordre de $0.9 \mu\text{m}$ tandis que les translations du détecteur et de la source, qui se font

suivant l'axe x, sont de l'ordre de $1.3 \mu\text{m}$ (figure 2.11). L'énergie du faisceau est réglée sur 100 keV avec une intensité de $75 \mu\text{A}$. Le volume est ensuite reconstruit à partir de 300 radiographies ayant chacune un temps d'exposition de $3 \times 0.7 \text{ ms}$. La taille du volume est alors de $1250 \times 850 \times 250$ voxels. Afin d'obtenir une taille de voxel isotrope (elle est de $0.7 \mu\text{m}$ dans le plan XY contre 1.45 suivant l'axe z) une opération de redimensionnement a été effectuée sur l'ensemble des scans à l'aide du logiciel Fiji. Les volumes présentent alors une taille de voxels finale de $1.45 \mu\text{m}$.

Une fois l'acquisition terminée, l'éprouvette est remontée sur la machine de fatigue, un nombre de cycles est réalisé, puis une nouvelle acquisition par laminographie est effectuée. Ce protocole est suivi jusqu'à la rupture ou l'interruption de l'essai de fatigue.

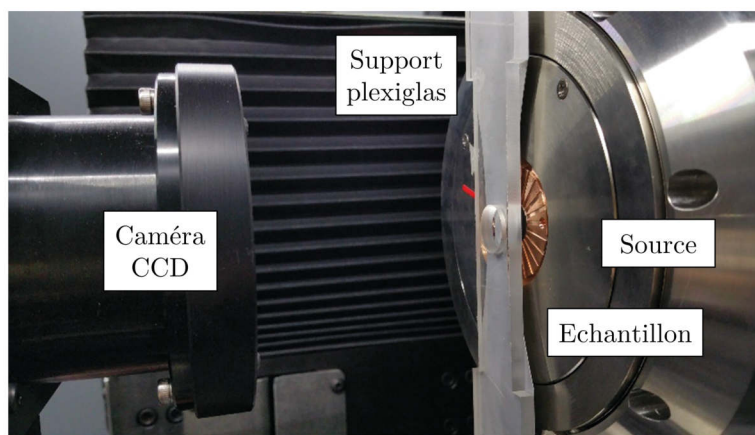


FIGURE 2.15 – Photo du montage expérimental utilisé pour la laminographie

2.5 Bilan

Au regard des particularités microstructurales énoncé dans le chapitre 1, les techniques de suivis de fissuration ainsi que les techniques de caractérisation microstructurale détaillées dans ce chapitre seront primordiales pour étudier les mécanismes d'endommagement et rendre compte de leurs liens avec la microstructure.

Mécanismes d'endommagement de la matière Std à température ambiante

Afin de mieux mettre en évidence l'impact de la température et du nombre de placage sur les mécanismes d'endommagement, il convient, en premier lieu, d'identifier clairement les mécanismes à l'œuvre à température ambiante sur une matière tri-couche conventionnelle et de référence. Le choix a donc été fait de se focaliser tout d'abord sur l'étude, à température ambiante, de la matière Std après brasage. La caractérisation précise de la microstructure ainsi que la détermination des propriétés mécaniques en traction et en fatigue de cette matière brasée sont le point de départ de ce chapitre. En se basant sur ces résultats, et notamment sur les courbes de Wöhler, des essais de fatigue suivi *ex-situ* par microscopie optique ont été réalisés. Les phases d'amorçage et de propagation des fissures observées grâce à ces essais sont ensuite détaillées par une étude approfondie de la microstructure et des faciès de rupture. La caractérisation 3D des mécanismes d'endommagement réalisée lors d'essais de fatigue *in-situ* en tomographie vient finalement compléter cette étude.

Sommaire

3.1	Caractérisation de la microstructure à l'état initial	70
3.1.1	État de surface et microstructure générale des éprouvettes brasées	70
3.1.2	Répartition et structure du placage résiduel	72
3.1.3	Diffusion et analyse chimique	75
3.1.4	Comportement mécanique du placage résiduel	82
3.1.5	Bilan sur la microstructure post-brasage de la matière Std	82
3.2	Caractérisation mécanique	85
3.2.1	Propriétés mécaniques statiques	85
3.2.2	Comportement en fatigue	86
3.2.3	Influence du polissage sur la tenue en fatigue	87
3.3	Mécanismes d'endommagement à température ambiante	91
3.3.1	Amorçage et propagation avec suivi optique des fissures	91
3.3.2	Étude des faciès de rupture	99
3.3.3	Morphologie et microstructure des fissures	102
3.3.4	Caractérisation 3D - Essais de fatigue in-situ	107
3.4	Synthèse sur les mécanismes d'endommagement	114

3.1 Caractérisation de la microstructure à l'état initial

Le chapitre 1 a mis en avant le fort impact du procédé de brasage sur la microstructure ainsi que sur les propriétés mécaniques. Afin de mieux appréhender les mécanismes d'endommagement à l'œuvre, il convient, en premier lieu, de réaliser une étude microstructurale complète de la matière Std.

3.1.1 État de surface et microstructure générale des éprouvettes brasées

L'état de surface de la matière Std observé en microscopie optique avant et après brasage est montré sur la figure 3.1. La surface des éprouvettes non brasées (figure 3.1.a) montre un aspect lisse ou les stries dues au laminage sont encore clairement visibles (figure 3.1.b). Après brasage, ces stries disparaissent du fait de la fusion et de la resolidification du 4045 et la surface apparaît alors plus rugueuse. Cette rugosité apparente serait due à la solidification des grains à la surface des éprouvettes comme semble le montrer l'agrandissement donné figure 3.1.d. En revanche, et contrairement à l'étude de Butéri *et al.* [BUT 12], **l'observation détaillée de la surface des éprouvettes brasées n'a révélé aucune GPR (Gouttes de Placage Résiduels)**.

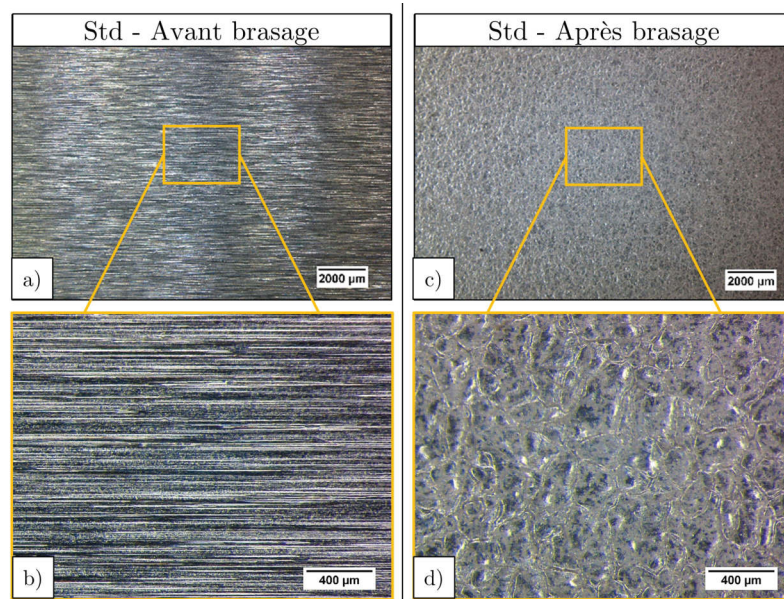


FIGURE 3.1 – Micrographies optiques donnant l'état de surface de la matière Std avant brasage a) vue générale b) agrandissement - et après brasage c) vue générale et d) agrandissement

La figure 3.2 donne la microstructure vue en coupe, perpendiculairement au sens de laminage, de la matière Std avant et après brasage. Les différentes micrographies optiques réalisées après attaque au réactif de Keller et oxydation anodique permettent d'illustrer les changements microstructuraux dus au brasage. Il ressort de cette comparaison les points suivants :

- Une réduction de l'épaisseur est observée après brasage, une partie du métal d'apport ayant coulé lors du brasage des bandes d'aluminium (voir figure 2.2). L'épaisseur des éprouvettes après brasage est alors de l'ordre de $235 \pm 5 \mu\text{m}$ (soit 13% de réduction).

- Une fois resolidifié, le placage résiduel qui n'a pas coulé se présente sous la forme d'une couche blanche à la surface de l'échantillon (figure 3.2.b). Il est important de noter que l'épaisseur de la couche de placage résiduel n'est pas homogène. Celle-ci a plus ou moins pénétré à l'intérieur de l'âme. Par ailleurs, contrairement aux observations de Tierce *et al.* [TIE 06], les vallées (situées entre les îlots du placage et présentant des d'aiguilles de silicium et des précipités contenant les éléments Al-Mn-Fe-Si) ne sont généralement que peu visibles¹ (voir également figure 1.16).
- La réduction de l'épaisseur ainsi que la pénétration du placage résiduel s'accompagne également de la recristallisation de l'âme durant le brasage (à une température inférieure à la fusion du 4045). Les éprouvettes non brasées présentent de nombreux grains dans l'épaisseur, allongés dans la direction du laminage. Après brasage et recristallisation, une certaine structure est malgré tout conservée au sein de l'âme puisque les nouveaux grains présentent encore une forme allongées. En moyenne entre 5 et 10 grains sont observés dans l'épaisseur. L'oxydation anodique permet d'identifier la couche de placage résiduel sans pour autant clairement révéler la présence ou non de grains.

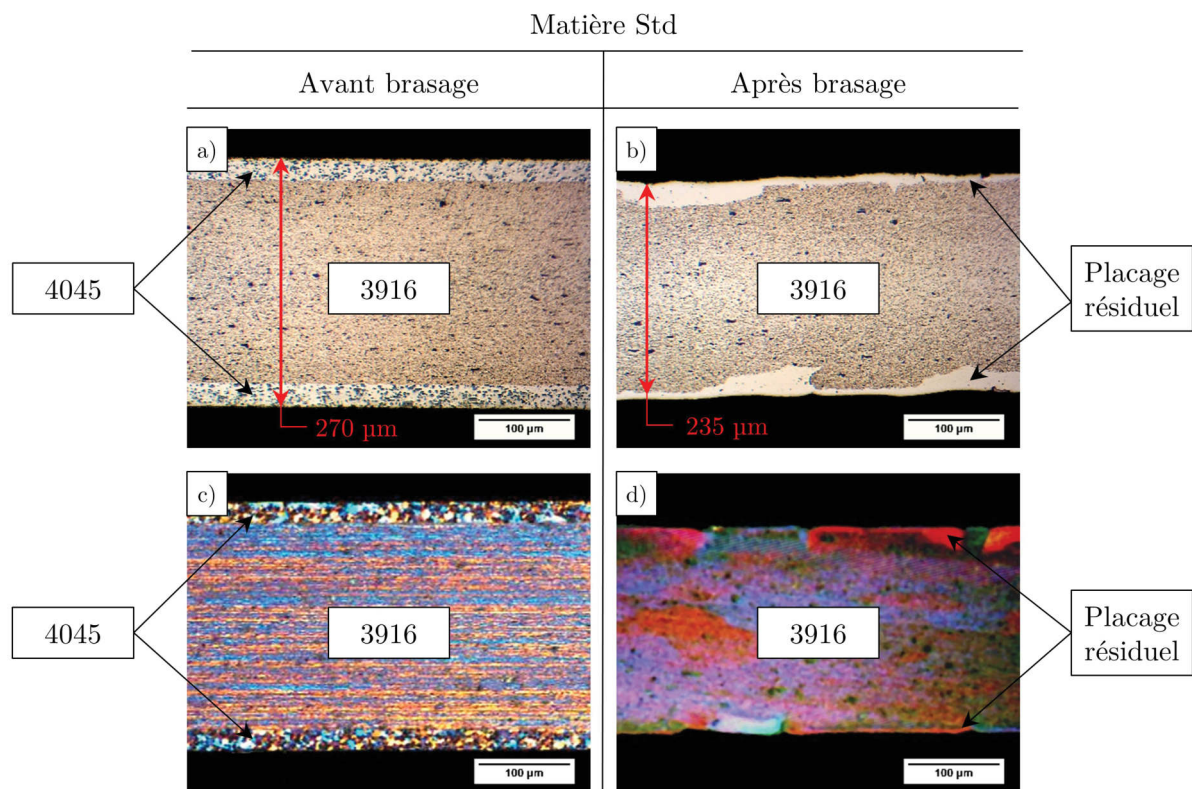


FIGURE 3.2 – Micrographies optiques de la matière Std vue en coupe, perpendiculairement au sens de laminage, avant brasage a) attaque au réactif de Keller et c) oxydation anodique - et après brasage b) attaque au réactif de Keller et d) oxydation anodique

1. Certains échantillons présentent toutefois des vallées relativement marquées

Afin de compléter les observations faites lors de l'oxydation anodique, la structure cristalline de la matière Std a été étudiée par EBSD. Les figures 3.3.a et .b donnent respectivement la microstructure vue parallèlement à la surface et en coupe suivant l'épaisseur. La cartographie IPF-X donnée figure 3.3.a montre que les grains post-brasage ont une forme relativement equiaxe, avec une taille moyenne de l'ordre de 200-250 μm . La figure 3.3.b illustre la recristallisation à travers l'épaisseur du matériau. Les grains ont une forme allongée en "pancakes" et ; comme précédemment compte entre 5 à 10 grains dans l'épaisseur. A noter que les grains situés en surface apparaissent plus épais que les autres (environ 40 μm contre 20-30 μm). Par ailleurs, l'interface placage résiduel / âme n'est pas détectée sur cette cartographie EBSD ce qui semblerait indiquer soit une recristallisation cohérente de celui-ci avec les grains du 3916 comme observé par Turriff *et al.* [TUR 10] et Kim *et al.* [KIM 15] soit la diffusion du placage résiduel à l'intérieur des grains de 3916 recristallisés par MFL comme le pense Wittebrood *et al.*[WIT 09].

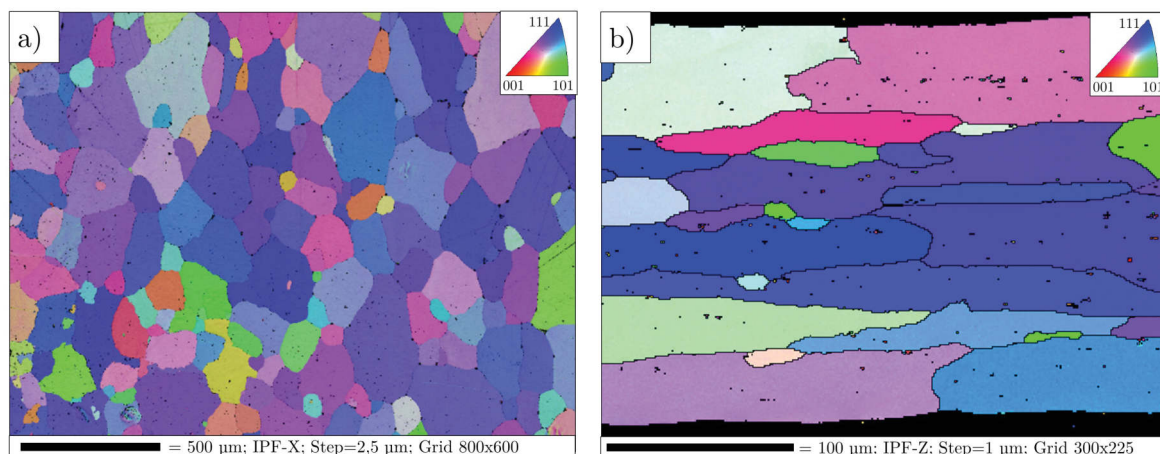


FIGURE 3.3 – Cartographie EBSD de la matière Std brasée, a) carte IPF-X réalisée parallèlement à la surface de l'échantillon et b) carte IPF-Z réalisée suivant l'épaisseur perpendiculairement au sens de laminage

3.1.2 Répartition et structure du placage résiduel

Afin de mieux caractériser la cristallographie locale du placage résiduel, une même micrographie optique est réalisée puis comparée à une carte EBSD obtenue avant attaque chimique (figure 3.4). Le placage résiduel est facilement identifiable sur la micrographie optique comme le montre la figure 3.4.a. En revanche, la carte EBSD, figure 3.4 ne présente aucune trace de grains issus du placage résiduel ayant recristallisé, il n'y a pas de discontinuité de structure cristalline à l'interface âme / placage résiduel. Il apparaît donc que la "phase blanche" identifiée en microscopie optique comme le placage résiduel fait partie intégrante de la structure cristalline de l'âme après brasage.

La microstructure locale entre le placage résiduel et l'âme est montrée sur la figure 3.5.a ; il

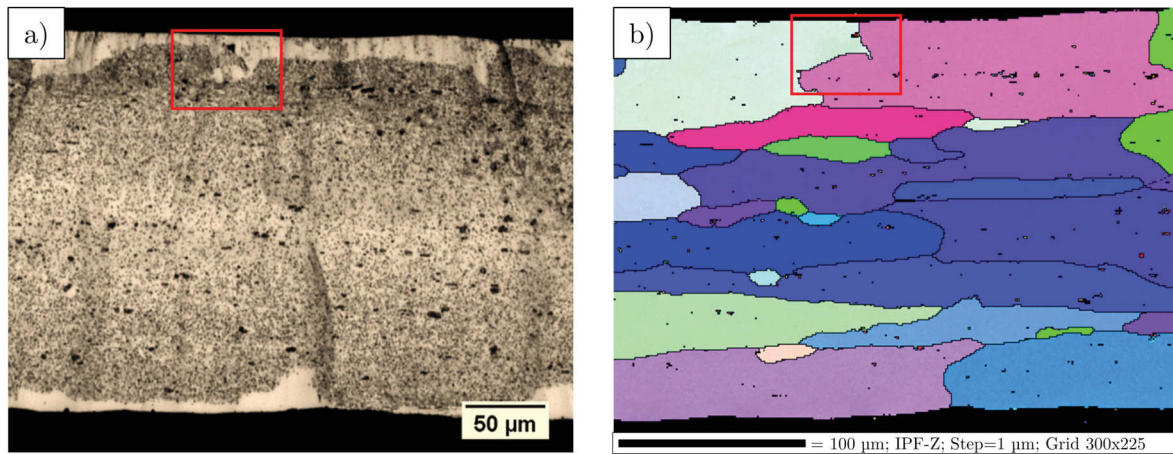


FIGURE 3.4 – Comparaison entre a) une micrographie optique après attaque au réactif de Keller montrant la dissolution de l'âme par le placage résiduel, b) une carte EBSD IPF-Z de la même région, le placage résiduel n'y est pas visible. Le cadre rouge correspond à la zone étudiée figure 3.5

s'agit d'un agrandissement de la zone encadrée en rouge figure 3.4. Les dispersoïdes et précipités présents dans l'âme et identifiés dans la littérature comme étant de type $\alpha - Al(Mn, Fe)Si$ sont clairement visibles sur cette micrographie optique (en noir). A l'inverse, aucun dispersoïde ni précipité n'est présent dans les régions où le placage résiduel a diffusé. Des analyses chimiques par EDX ont été réalisées en trois zones différentes : sur un précipité, dans le placage résiduel et dans l'âme. L'analyse chimique du précipité (spectre 1) montre la présence des éléments *Si*, *Mn* et *Fe* comme attendu dans le cas d'un précipité de type $\alpha - Al(Mn, Fe)Si$. L'analyse de l'âme (spectre 3) révèle la présence, en moindre quantité, de *Si* et *Mn* ce qui est également attendu puisque ces éléments rentrent dans la composition chimique de l'âme. En revanche, et par comparaison, le placage résiduel (spectre 2) ne semble composé que de *Al* et *Si*. A noter que des traces de *Cu* ont été identifiées dans chacune des trois zones étudiées. Ces observations sont complétées par une analyse chimique plus détaillée paragraphe 3.1.3.

Par ailleurs la figure 3.5.a montre clairement la dissolution de l'âme par le placage résiduel. L'épaisseur de l'interface placage résiduel / âme n'est pas homogène. En comparant la microstructure avant et après brasage, respectivement figure 3.6.a et .b il ressort les points suivants :

- L'épaisseur de l'âme avant brasage est de $220 \mu\text{m}$ et reste, en moyenne, identique après brasage
- La couche de 4045 mesure $25 \mu\text{m}$ sur la matière non brasée ; après brasage la couche de placage résiduel forme un film d'une épaisseur comprise entre 5 et $10 \mu\text{m}$. En effet, les éprouvettes étant brasées verticalement une partie du placage s'écoule par gravité.
- Après brasage, le placage résiduel pénètre dans certaines zones de l'âme sur plusieurs dizaines de microns (ici $28 \mu\text{m}$). Cette dissolution se fait au détriment de l'âme et vient changer la composition chimique et la microstructure de celle-ci.

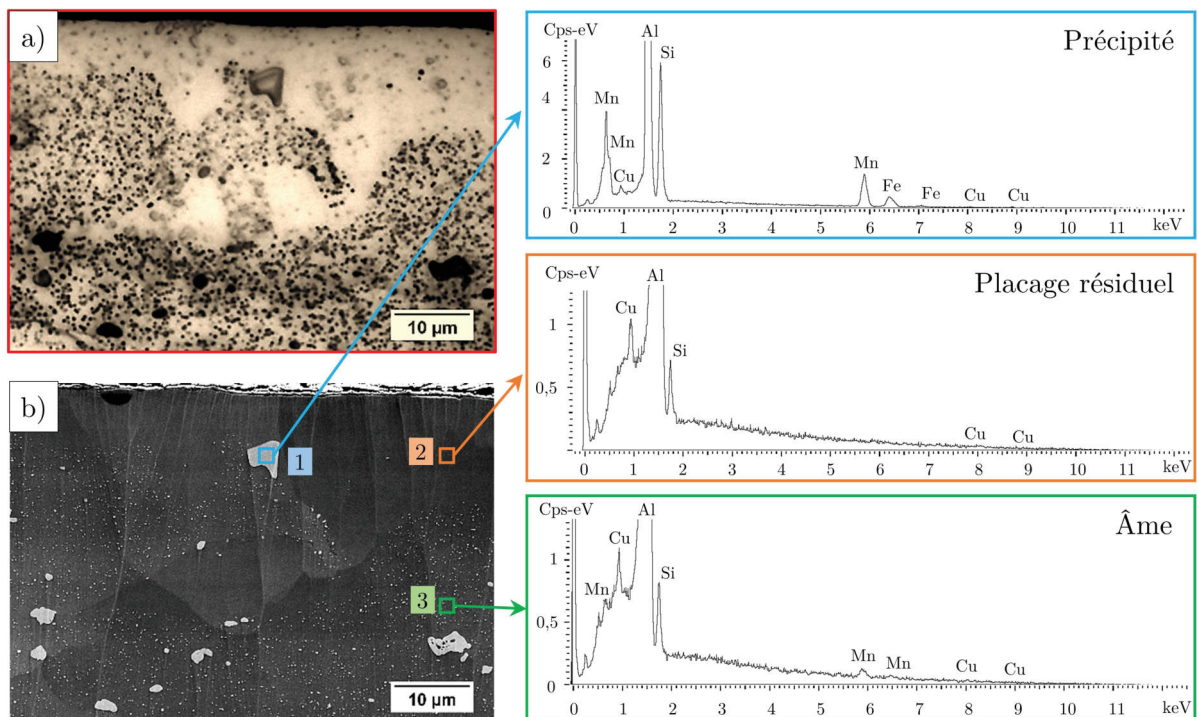


FIGURE 3.5 – a) micrographie optique après attaque au réactif de Keller, le placage résiduel ne présente aucun dispersoïde et b) micrographie MEB de la même région, des analyses EDX ont été réalisées en trois zones distinctes : sur un précipité (zone 1), dans le placage résiduel (zone 2) et dans une zone non dissoute de l'âme (zone 3)

Afin de mieux caractériser les zones où le placage résiduel semble pénétrer plus avant dans l'âme (zones blanches), une coupe parallèle à la surface à $10\mu\text{m}$ de profondeur a été réalisée selon le plan symbolisé par les pointillés jaunes, (figure 3.7.a), pour ne laisser apparaître que les zones où le placage a fortement diffusé (figure 3.7.b). Dans ce plan de coupe, la répartition du placage résiduel est également facilement identifiable en microscopie électronique en électrons rétrodiffusés ce qui indique un contraste chimique entre le placage résiduel et l'âme, comme en témoigne la figure 3.7.c.

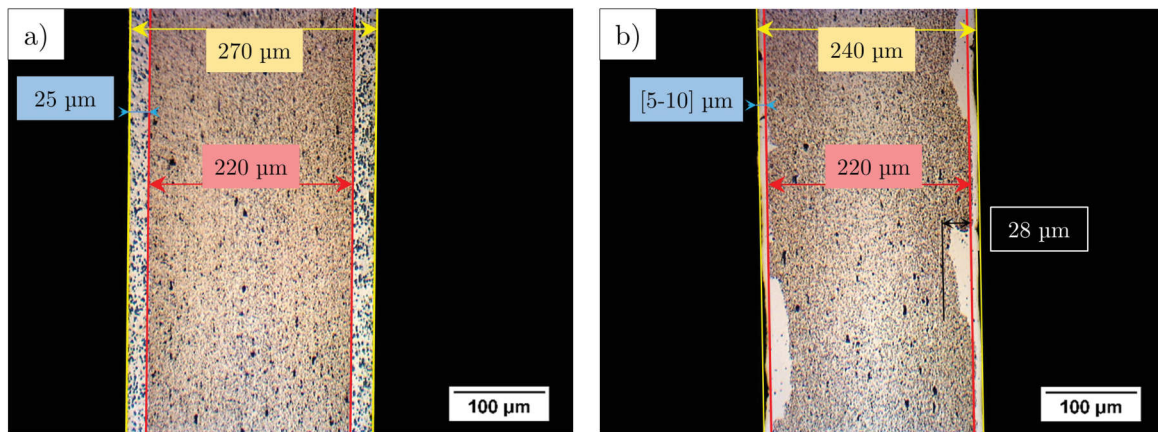


FIGURE 3.6 – Micrographie optique après attaque au réactif de Keller donnant les épaisseurs de l'âme et du placage a) avant brasage et b) après brasage

La superposition de la micrographie optique, figure 3.8.a, et de la carte EBSD réalisée sur cette même région avant attaque chimique, figure 3.8.b, montre clairement que cette pénétration est localisée au niveau des joints de grains figure 3.8.c. La dissolution de l'âme par le placage résiduel semble parfois se produire préférentiellement d'un seul côté du joint de grains (voir les flèches figures 3.8.c). Cette observation, tend à montrer que la diffusion du placage est influencée par l'orientation cristalline des grains.

3.1.3 Diffusion et analyse chimique

Les compositions chimiques de l'âme et du placage résiduel ont été déterminées par EPMA. Des cartographies et des profils ont été réalisés en coupe suivant l'épaisseur figure 3.9 et parallèlement à la surface figure 3.10. L'analyse de ces deux mesures est développée ci après.

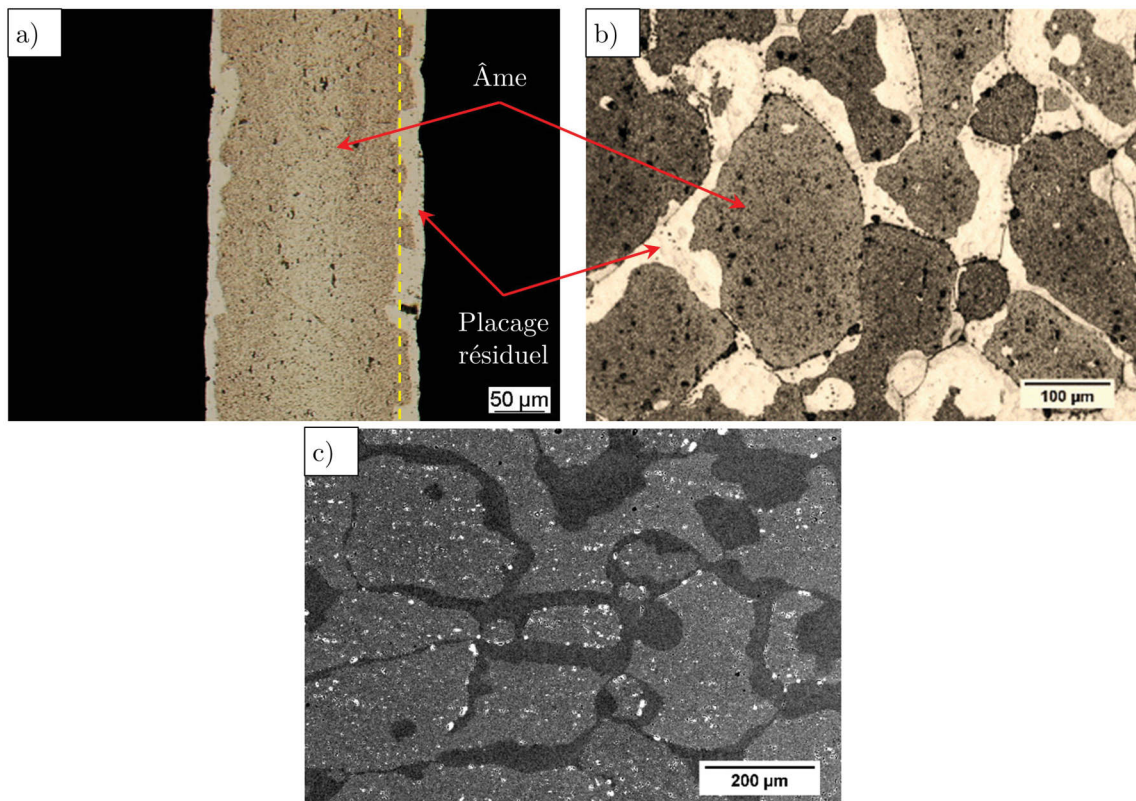


FIGURE 3.7 – a) Micrographie optique après attaque au réactif de Keller montrant la localisation du placage résiduel vue en coupe suivant l'épaisseur, b) micrographie optique parallèle à la surface au niveau d'un plan localisé au niveau des pointillés jaunes et c) micrographie MEB-BSE parallèle à la surface permettant également de localiser le placage résiduel (en sombre)

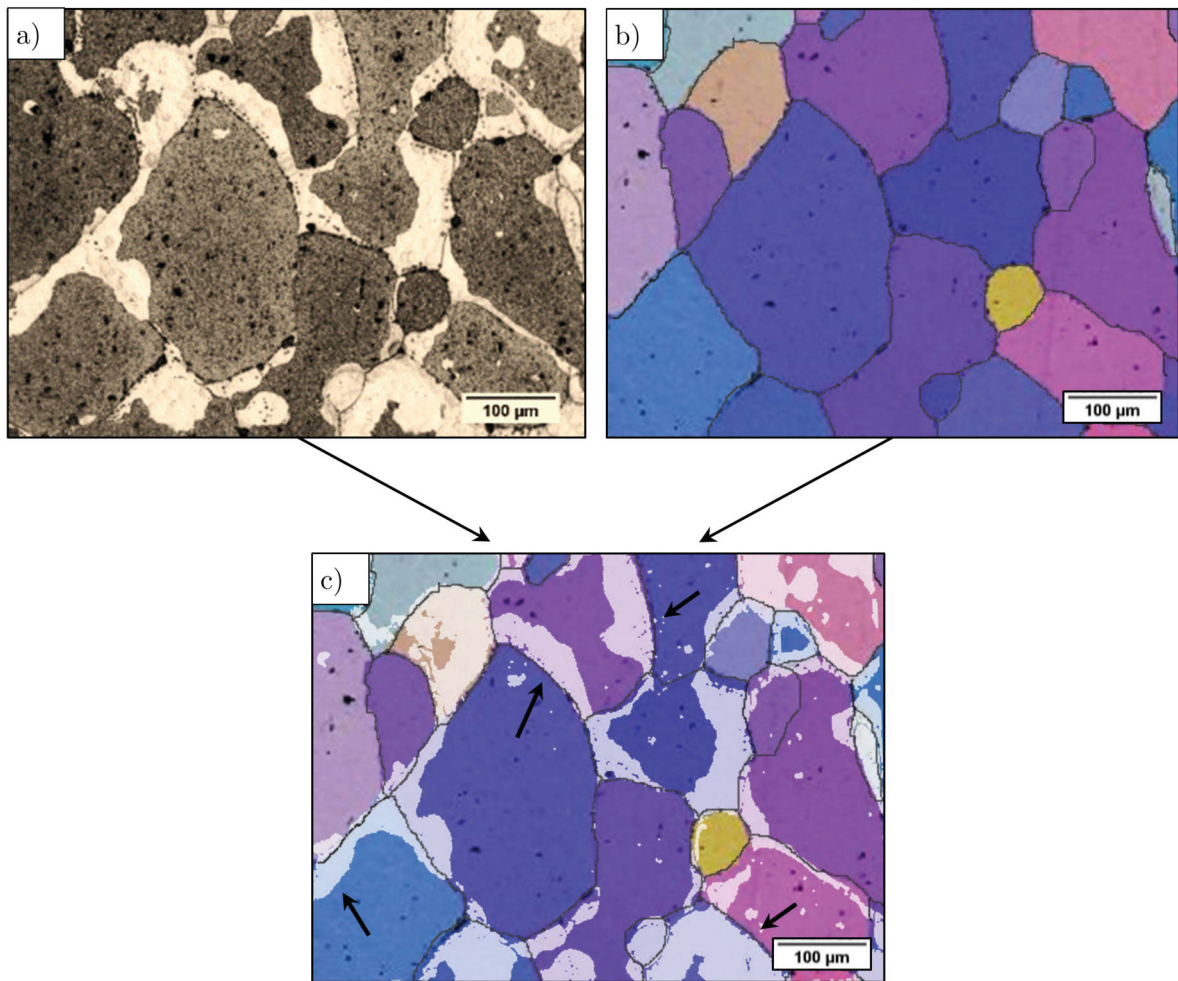


FIGURE 3.8 – Superposition d’une micrographie optique après attaque au réactif de Keller (a) et d’une carte EBSD IPF-X (pas : $2.5 \mu\text{m}$) (b) montrant la présence du placage résiduel au niveau des joints de grains (c). Les flèches indiquent les zones où le placage n’est situé que d’un seul côté du joint de grains

3.1.3.1 Coupe dans l'épaisseur

Une région présentant une forte pénétration du placage résiduel (visible sur la micrographie MEB en sombre sur la figure 3.9.a) a été choisie comme zone d'analyse. La flèche blanche indique la localisation du profil effectué. Les cartographies correspondant à la présence des éléments Cu, Mn, Si et Fe sont données figures 3.9.b à e. respectivement.

- Avant brasage, le **cuivre** se trouve principalement dans l'âme avec un pourcentage massique compris entre 0.5 et 1 %m contre moins de 0.3%_m dans le 4045. Comme le montre la figure 3.9.b le brasage entraîne une forte diffusion du cuivre de l'âme vers la surface et notamment vers les zones de pénétration du placage résiduel avec un pourcentage massique en cuivre de l'ordre de 0.6 %m soit très proche de la valeur de 0.7 %m mesurée au cœur de l'âme. Cette diffusion engendre un gradient de concentration entre la surface et l'âme avec une zone de plus faible concentration située juste sous la surface. Le profil du cuivre donné figure 3.9.f en rouge permet de visualiser ce gradient avec deux minimums situés à 25 μm sous la surface. Également observé par Afshar *et al.* [AFS 13], ce phénomène pourrait s'expliquer par les effets concomitants de la grande solubilité du cuivre dans l'aluminium liquide (20 %m) ainsi que de la forte diffusion de celui-ci dans la matrice d'aluminium à la température de brasage ($6.42 \times 10^{-13} \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$).
- **Le manganèse** est un élément qui diffuse lentement dans l'aluminium [HAT 84], sa répartition n'est pas modifiée par le brasage et en fait un bon marqueur pour mesurer l'épaisseur de l'âme après brasage. La carte du manganèse donnée figure 3.9.c permet ainsi d'identifier l'âme (en clair), la couche de placage résiduel à la surface (en foncé) et surtout les zones où celle-ci a diffusé dans l'âme. Avant brasage la teneur massique en manganèse dans l'âme est comprise entre 1 et 1.5 %m. Après brasage, la composition en manganèse dans l'âme reste globalement comprise entre 1 et 1.5 %m comme le montre le profil (marron) donné figure 3.9.f. A noter que les pics observés correspondent aux nombreux précipités de type $\alpha\text{-Al}(\text{Mn},\text{Fe})\text{Si}$ présents dans l'âme. En revanche, après brasage, la composition en manganèse du placage augmente. Initialement inférieure à 0.05 %m dans le 4045, celle-ci passe à 0.15 %m dans le placage résiduel. Le manganèse ne diffusant que lentement, cette augmentation pourrait s'expliquer également par la dissolution de l'âme et des précipités par le 4045 alors à l'état liquide lors du brasage, comme le note Dehmas *et al.* [DEH 06].
- **Le silicium** diffuse largement dans l'âme et ce de façon homogène comme le montre la figure 3.9.d ainsi que le profil (en jaune) figure 3.9.f. Initialement inférieur à 0.3 %m dans l'âme, cette valeur n'est de nouveau atteinte qu'à une profondeur de 100 μm après brasage, retrouvant ainsi l'ordre de grandeur calculé par Sigli *et al.* [SIG 98]. En surface, avant brasage, le 4045 présente une concentration en silicium comprise entre 9 et 11 %m contre environ 1.5 %m après brasage. Cette valeur correspond à la limite de solubilité du silicium dans l'aluminium à la température de brasage [MUR 84].
- **Le fer** diffuse peu et étant également peu soluble dans l'aluminium à l'état solide, il se retrouve principalement dans les précipités comme le montre la figure 3.9.e et le profil (en vert) figure 3.9.f. Le fer semble distribué de façon homogène entre l'âme et le placage résiduel, bien que ce dernier ne présente pas de précipités.

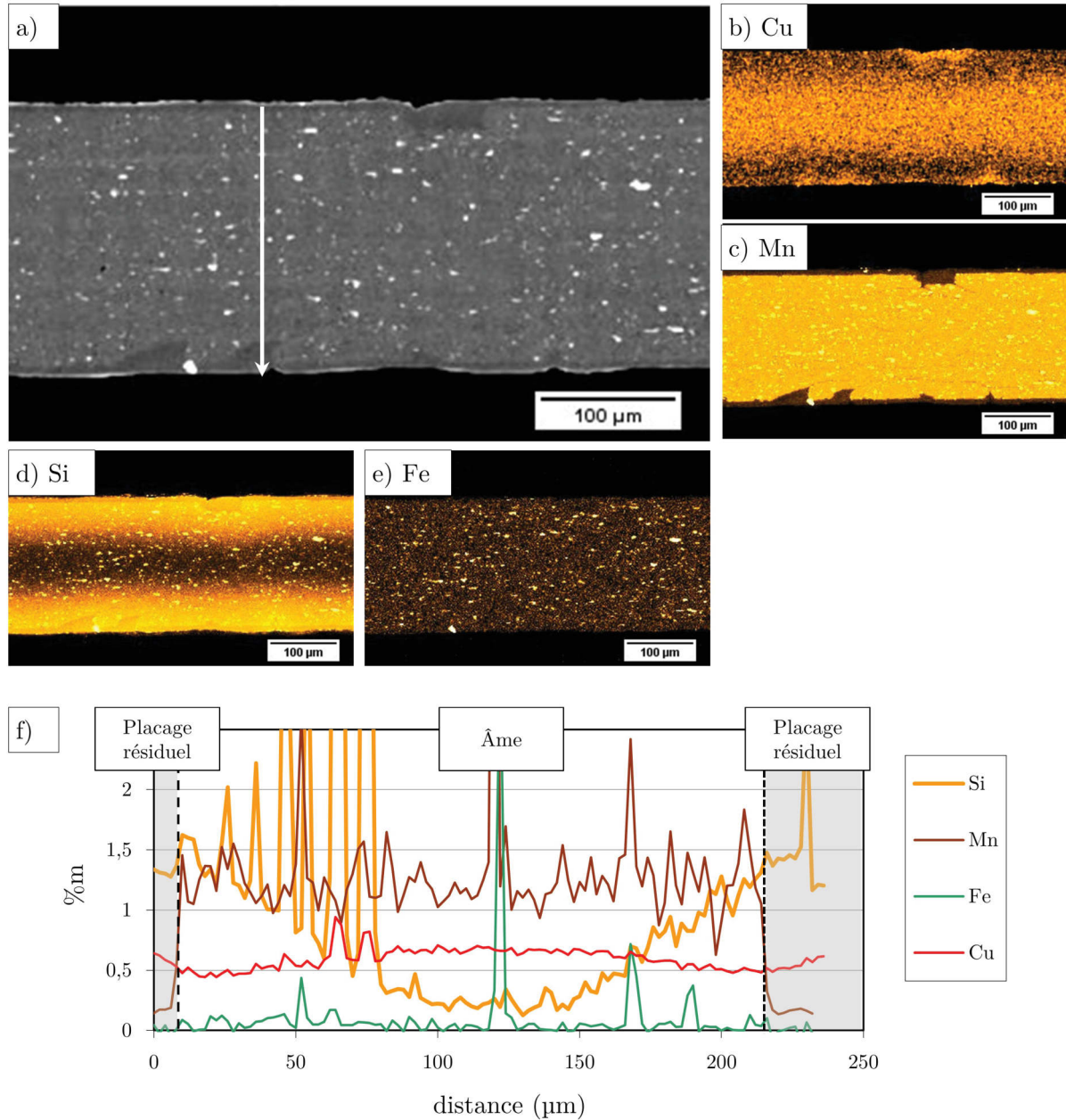


FIGURE 3.9 – Cartographies EPMA réalisées dans l'épaisseur de la matière Std. a) Micrographie MEB de la zone analysée, b) cartographie du cuivre, c) cartographie du manganèse, d) cartographie du silicium, e) cartographie du fer et f) profil réalisé suivant la flèche BLANCHE donnant le pourcentage massique (%m) en fonction de la distance dans l'épaisseur

3.1.3.2 Coupe parallèle à la surface

La figure 3.10 illustre la répartition des éléments dans un plan parallèle à la surface. L’échantillon présenté figure 3.3.a, ayant servi à la réalisation d’une carte EBSD, a dans un premier temps été attaqué au réactif de Keller (micrographie optique figure 3.10.a). Le polissage n’ayant pas été réalisé de façon parfaitement plane, la couche de placage résiduel uniforme qui recouvre l’ensemble de la surface n’a pas été totalement retirée, ce qui explique que la partie droite de la micrographie ne soit pas attaquée. Néanmoins cet échantillon a été analysé par EPMA, les cartes donnant la répartition des éléments Cu, Mn, Si et Fe apparaissent respectivement sur les figures 3.10.b à e. La figure 3.10.f donne la carte EBSD sur laquelle a été superposée le placage résiduel (en blanc) la flèche rouge indique la localisation du profil donné figure 3.10.g. Sur celui-ci, les zones de placage résiduel sont symbolisées sous forme de rectangles gris et la zone d’analyse (micrographie optique) a été ajoutée ainsi que l’extrait de la cartographie EBSD correspondant.

- L’analyse EPMA réalisée dans l’épaisseur a permis de mettre en évidence que **le cuivre** diffuse vers la surface et notamment dans les zones où une forte pénétration du placage résiduel est observée. Vu parallèlement à la surface, la figure 3.10.b révèle que le cuivre diffuse préférentiellement au niveau des joints de grains. Le profil du cuivre, donné en rouge figure 3.10.g, couplé à l’extrait de la cartographie EBSD permet de le confirmer avec une concentration de l’ordre de 0.9 %m contre environ 0.5%_m dans l’âme. Cette valeur correspond, par ailleurs, à celle mesurée figure 3.9.f dans les zones appauvries en cuivre situées sous la surface.
- La carte du **manganèse**, figure 3.10.c, permet d’identifier clairement les zones de diffusion du placage résiduel. Associée au profil (en marron) figure 3.10.g les mêmes constatations que celles faites dans l’épaisseur peuvent être formulées. Contrairement au cuivre, la répartition du manganèse n’est affectée que par le placage résiduel.
- Vu en coupe, **le silicium** diffuse de façon homogène dans l’épaisseur. Cependant, vue parallèlement à la surface il apparaît quelques disparités dans sa répartition. Ainsi, la concentration en silicium au cœur du placage résiduel, dans les joints de grains et au cœur des grains de l’âme est plus faible que dans les zones d’interfaces âme/placage résiduel (coté âme), figure 3.10.d. Le profil, en jaune, figure 3.10.g confirme cette observation avec des valeurs de l’ordre de 1.5 %m à 60 et 220 μm (interface placage résiduel/âme) contre environ respectivement 1 %m et 1.3 %m dans le placage résiduel et dans l’âme. Pour expliquer ces variations de concentration Turrif *et al.* [TUR 10] proposent qu’à la fin du brasage, le placage à l’état liquide se solidifie par épitaxie sur les grains d’âme situés à l’interface liquide/solide avec une composition proche de celle du solidus du système Al-Si. Au fur et à mesure que l’épaisseur de la couche solidifiée croît, le liquide voit donc sa concentration en silicium augmenter et se retrouve ségrégué entre les grains expliquant ainsi la plus forte concentration en silicium mesurée dans ces régions. D’autre part, dû à l’absence de dispersoïdes dans le placage résiduel le profil apparaît lisse contrairement à l’âme ou les nombreux précipités de type $\alpha\text{-Al}(\text{Mn,Fe})\text{Si}$ engendrent des pics.
- **Le fer** se retrouve principalement dans les précipités comme le montre la figure 3.10.e ainsi que le profil, en vert, figure 3.10.g. Néanmoins, sa concentration semble légèrement plus faible dans le placage résiduel que dans l’âme avec des valeurs respectives de l’ordre de 0.02%_m et 0.05%_m.

L’étude de la composition chimique réalisée par EPMA à la fois dans l’épaisseur et paral-

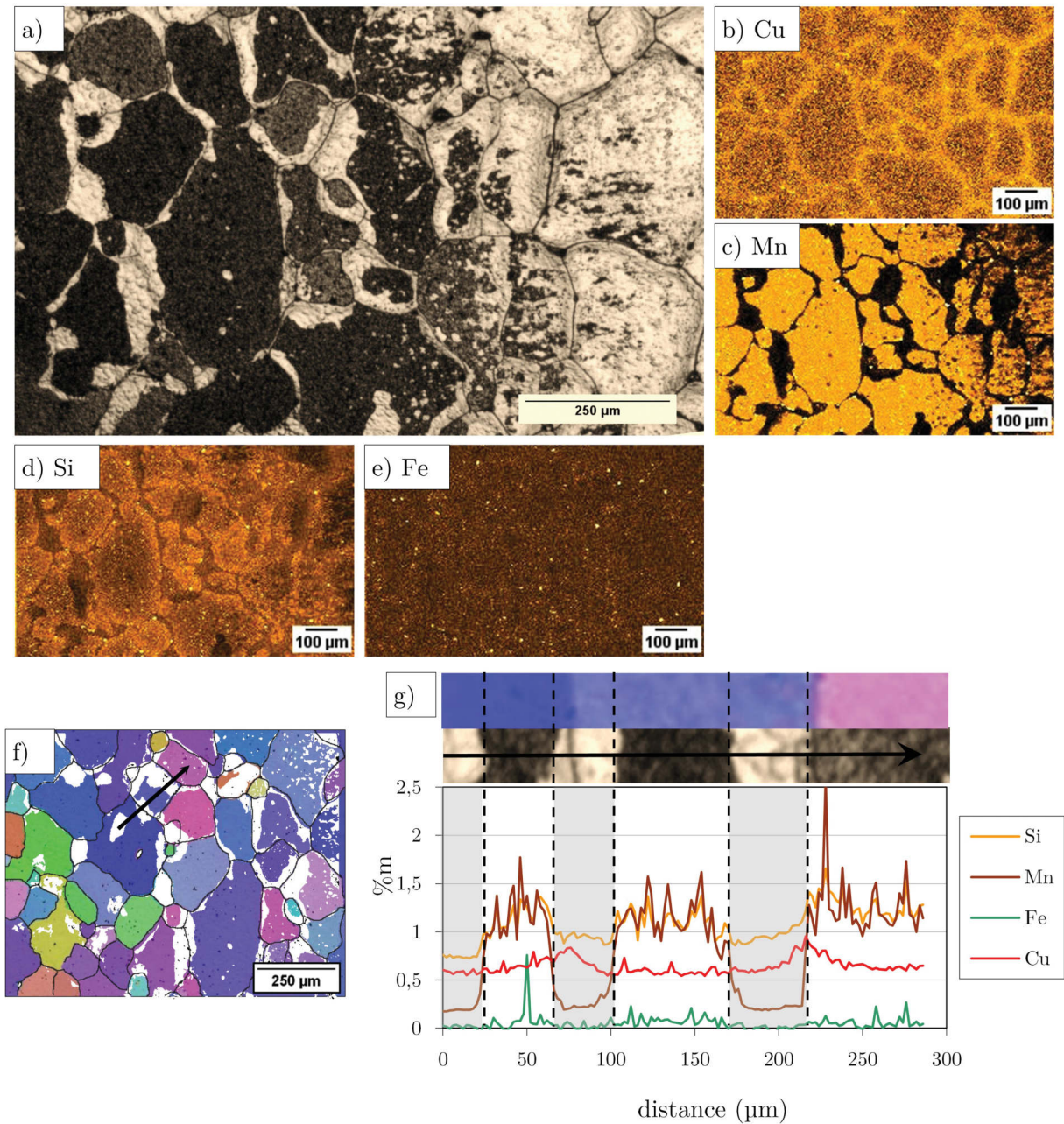


FIGURE 3.10 – Cartographies EPMA réalisées parallèlement à la surface. a) Micrographie optique de la zone analysée, b) cartographie du cuivre, c) cartographie du manganèse, d) cartographie du silicium, e) cartographie du fer, f) carte EBSD sur laquelle a été superposée, en blanc, le placage résiduel et donnant la location du profil effectué (flèche noire) et g) profil donnant le pourcentage massique (%m) en fonction de la distance, les zones en gris correspondent au placage résiduel, ont été ajoutées sur ce profil la micrographie optique et la carte EBSD de la zone analysée

lèvement à la surface permet donc à la fois de mettre en évidence la répartition des différents éléments après brasage et ainsi d'avoir accès aux compositions du placage résiduel et de l'âme. Le tableau 3.1 synthétise ces valeurs (mesurées en coupe dans l'épaisseur) et donne, en comparaison, la composition avant brasage du 3916 et du 4045 dont le placage résiduel est issu.

Matière	État	Si (%m)	Cu (%m)	Mn (%m)	Fe (%m)
Âme	Non brasé (3916)	<0.3	0.5-0.8	1-1.5	<0.3
	Brasé (centre de l'âme)	0.25	0.7	1.2	<0.1
Placage	Non brasé (4045)	9-11	<0.3	<0.05	<0.8
	Brasé (placage résiduel)	1-1.5	0.6	0.2	<0.1

TABLE 3.1 – Compositions chimiques du placage résiduel et du centre de l'âme issues des mesures EPMA réalisées dans l'épaisseur. Les compositions chimiques du 3916 et 4045 avant brasage sont données en comparaison

En comparant la composition chimique avant brasage du 3916 et les mesures réalisées au centre de l'âme après brasage, il apparaît que la composition chimique de celle-ci n'évolue presque pas durant le brasage (ce qui n'est pas le cas proche de l'interface). En revanche, la composition du 4045 et du placage résiduel sont très différentes. Ce dernier consiste en une solution solide aluminium-silicium enrichie en cuivre et manganèse. Les propriétés mécaniques de cette solution solide font l'objet du paragraphe suivant.

3.1.4 Comportement mécanique du placage résiduel

Les propriétés mécaniques du placage résiduel ont été évaluées par nanoindentation. Les mesures ont été réalisées en coupe dans l'épaisseur sur un échantillon préalablement poli et attaqué au réactif de Keller comme le montre la figure 3.11.a. Deux groupes de mesures ont été réalisés, le premier consiste en 10 empreintes au centre de l'âme et le deuxième en 10 empreintes dans le placage résiduel. Les valeurs mesurées sont données sous forme d'histogramme, figure 3.11.b, et montrent que le placage résiduel est sensiblement plus dur que l'âme avec une dureté de 1.3 ± 0.05 GPa contre 1.1 ± 0.03 GPa pour l'âme. Deux séries de 9 mesures effectuées parallèlement à la surface montrent une valeur de dureté de l'âme identique, à savoir 1.10 ± 1.0 GPa et un placage résiduel plus dur avec une dureté de 1.5 ± 1.0 GPa, supérieure à la valeur mesurée dans l'épaisseur. Cette différence pourrait s'expliquer par des facteurs géométriques et notamment par la localisation des empreintes dans le placage résiduel (son épaisseur n'est pas constante).

3.1.5 Bilan sur la microstructure post-brasage de la matière Std

Le schéma donné figure 3.12 illustre les changements microstructuraux se produisant au cours du brasage. Ceux-ci peuvent être résumés ainsi :

- Lors de la montée en température et avant la fusion du 4045, les grains de l'âme initialement allongés et aplatis (figure 3.12.a) recristallisent et forme de plus gros grains en forme de "pancakes" (figure 3.12.b).

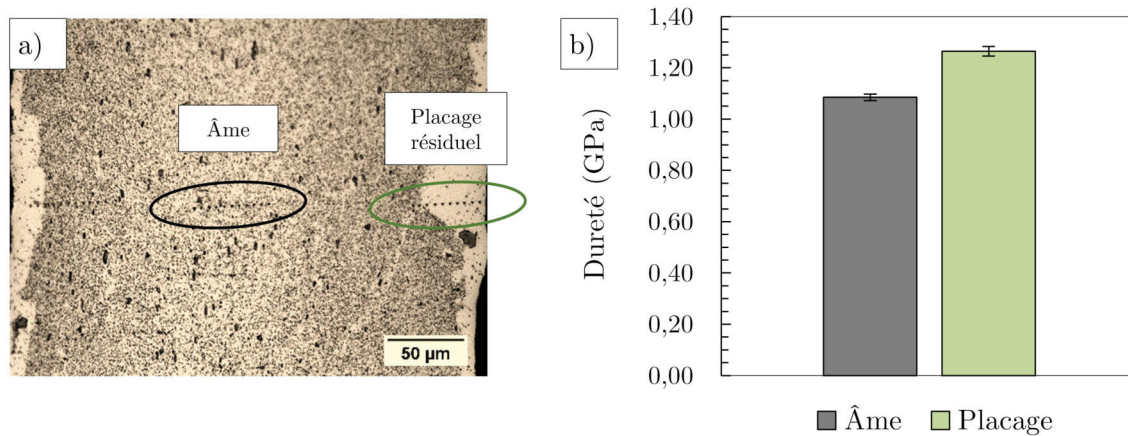


FIGURE 3.11 – a) Micrographie optique montrant les zones d'indentation dans l'âme et le placage résiduel et b) graphique donnant la dureté en GPa de l'âme et du placage résiduel, les barres d'erreur correspondent à l'écart type entre les mesures

- Lorsque la température atteint 577°C, le 4045 commence à fondre, le silicium contenu dans le placage diffuse vers l'âme et, à l'inverse, le cuivre diffuse de l'âme vers le placage et notamment aux joints de grains (figure 3.12.c). Une partie du placage s'écoule par gravité et/ou par capillarité réduisant ainsi la quantité de liquide présent à la surface.
- Du fait de la diffusion du silicium, notamment au niveau des joints de grains, vers l'âme, la température de fusion de cette dernière diminue permettant la pénétration du placage et la dissolution de l'âme (figure 3.12.d). Ainsi, le placage s'enrichit en manganèse et parallèlement, le cuivre continue à diffuser depuis l'âme vers le placage au niveau des joints de grains.
- A la fin du brasage et lors du refroidissement, les grains situés à l'interface solide/liquide commencent à croître par épitaxie avec une composition chimique proche d'une solution solide Al-Si entre 1% et 1.5%. Les régions situées entre les grains (interface placage résiduel / âme) sont enrichies en silicium du fait de l'enrichissement en Si de la phase liquide durant la solidification. A la fin de celle-ci, une contraction du volume se produit et crée le relief observé en surface.
- La couche de placage résiduel ainsi formée ne présente aucun dispersoïde, et possède une dureté supérieure à celle de l'âme, probablement imputable à l'effet de solution solide du Si. En effet, à titre d'exemple, une augmentation du taux de silicium de 0,4% à 2,2% engendre une augmentation de la limite à rupture d'environ 15% [HAT 84].

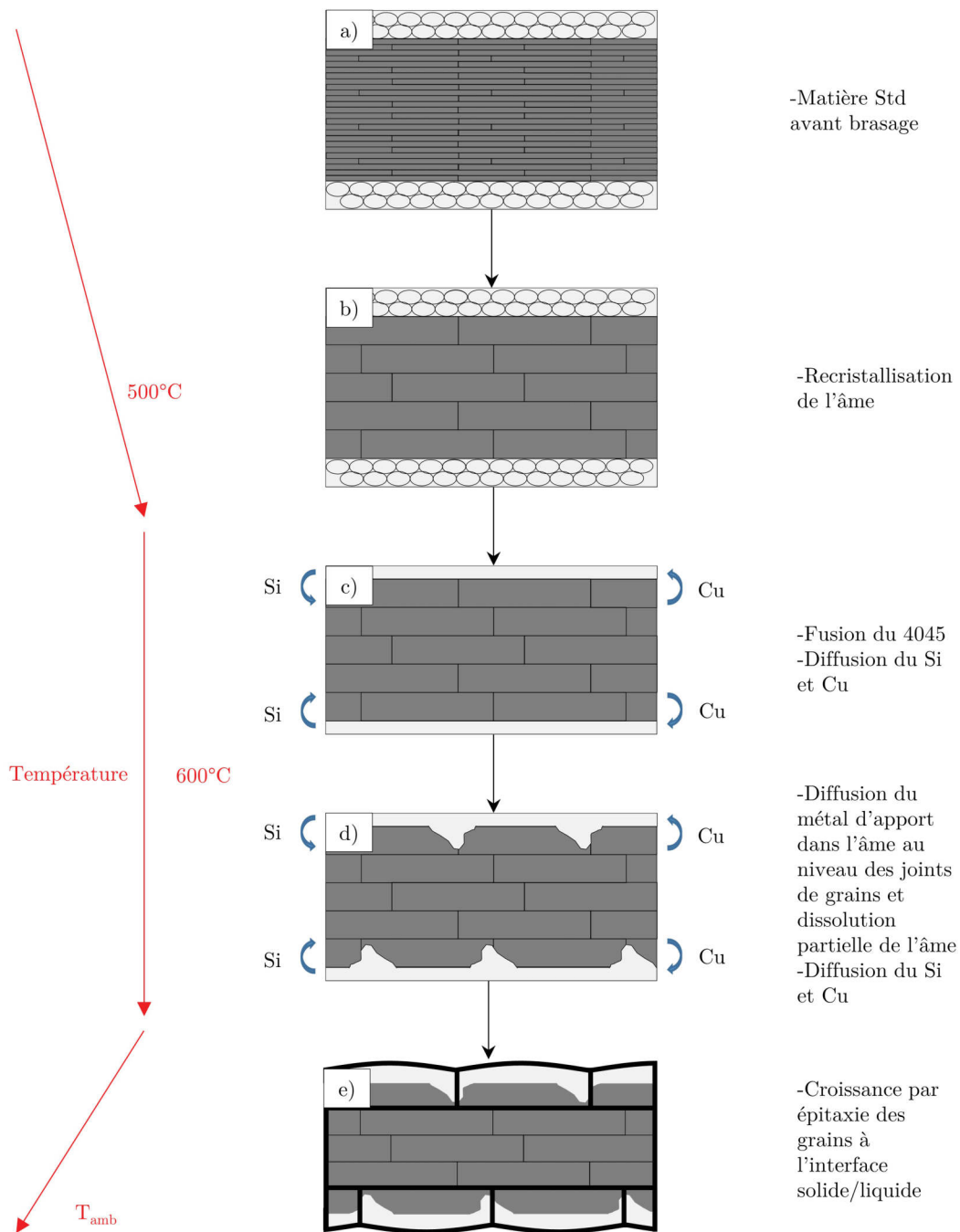


FIGURE 3.12 – Schéma donnant l'évolution de la microstructure au cours du brasage - a) matière Std avant brasage, b) recristallisation de l'âme à une température inférieure à 500°C , c) à une température supérieure à 600°C fusion du 4045, diffusion des élément Cu et Si, d) Le métal d'apport, liquide, diffuse au niveau des JdG entraînant la dissolution de l'âme et e) croissance des grains par épitaxie à l'interface liquide/solide lors du refroidissement

3.2 Caractérisation mécanique

3.2.1 Propriétés mécaniques statiques

Les courbes de traction obtenues à température ambiante sur 5 échantillons issus de la matière Std avant et après brasage sont représentées figure 3.13. Il s'agit des courbes de traction conventionnelles ne tenant pas compte de la striction au cours de l'essai.

Ces courbes mettent en évidence le fort impact du procédé de brasage sur les propriétés mécaniques. La limite d'élasticité ($R_{p0.2}$) et la limite à rupture R_m chutent après le brasage tandis que l'allongement à rupture (A%) augmente. D'autre part, une forte augmentation du coefficient d'érouissage après brasage est observé. Ce procédé équivaut en ce sens à un traitement de recuit, la matière initialement à l'état H24 se retrouvant après brasage à un état O.

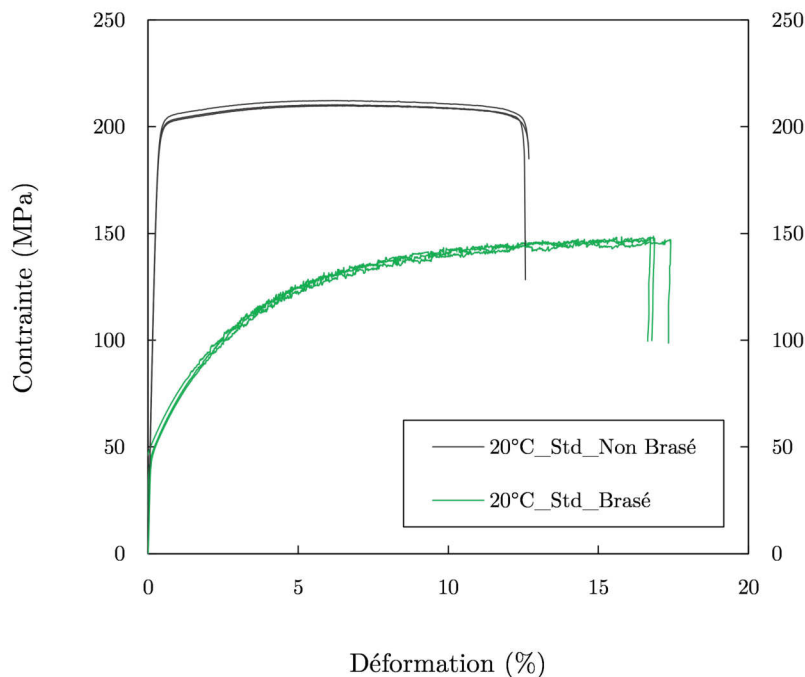


FIGURE 3.13 – Courbe de traction conventionnelle de la matière Std avant et après brasage à température ambiante, vitesse de déformation : $\dot{\Sigma} = 2.5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

Les propriétés mécaniques à température ambiante de la matière Std avant et après brasage sont résumées dans le tableau 3.2. Ces données seront notamment nécessaires pour normaliser les contraintes maximales appliquées lors des essais de fatigue et comparer les différentes matières et conditions d'essais à chargement équivalent. A noter que le module d'Young et le coefficient de Poisson n'ont pas été mesurés dans le cadre de cette étude et proviennent de la littérature [BUT 12].

Matière	Etat	R_m (MPa)	$(R_{p0.2})$ (MPa)	A (%)	E (GPa)	ν
Std	Non brasé	211 (± 1.0)	199 (± 1.3)	12,4 (± 1.5)	70	0.33
	Brasé	147 (± 1.3)	51 (± 1.5)	17.8 (± 1.1)	70	0.33

TABLE 3.2 – Propriétés mécaniques de la matière Std avant et après brasage, avec $R_{p0.2}$ la limite d’élasticité conventionnelle à 0.2% de déformation plastique, R_m la contrainte maximale à rupture, A(%) l’allongement à rupture, E le module d’Young et ν le coefficient de Poisson. L’écart-type est donné entre parenthèse

3.2.2 Comportement en fatigue

Les courbes de Wöhler à température ambiante de la matière Std ont été obtenues avant et après brasage. Les courbes de la matière non brasée sont données pour souligner la forte influence du brasage sur les propriétés en fatigue et ne seront donc pas étudiées dans la suite de ce travail. La figure 3.14 présente les différentes courbes de Wöhler obtenues.

La figure 3.14.a est une représentation classique de la courbe de Wöhler donnant la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles à rupture tandis que la figure 3.14.b est une représentation normalisée utilisée dans le but de pouvoir comparer différentes matières entre elles, soit ici les matières brasées et non brasées. Pour la représentation normalisée, les contraintes maximales appliquées ont été divisées par la limite à rupture respective de chacune des matières (rapport de charge Σ_R). A noter que les points représentés avec une flèche correspondent aux essais non rompus. De ces courbes, il découle les observations qualitatives suivantes :

- Le brasage diminue fortement la résistance en fatigue.
- La matière brasée présente une dispersion en durée de vie plus importante que la matière non brasée².
- Après brasage, il est très difficile de rendre compte du domaine oligocyclique (contrairement à la matière non brasée), les éprouvettes cassant immédiatement à forte charge (durant le premier 1/4 de cycle) où après environ 100 000 cycles à plus faible charge.
- Une fois rapportées à la limite à rupture respective de chaque matière les contraintes maximales correspondant à des durée de vie supérieures à 100 000 cycles, sont de l’ordre de 96% de la limite à rupture, soit un niveau de chargement remarquablement élevé par rapport aux matériaux de structure classique (environ 60% de la limite à rupture pour un alliage 5XXX).
- Une fois normalisées, les courbes avant et après brasage se superposent mais présentent une amplitude en contrainte maximale assez réduite (la limite de fatigue à 10^6 cycles étant comprise entre 75 et 80% du R_m).

Dans le cas des essais de fatigue réalisés par Butéri *et al.*, une telle superposition n’était pas observée, les éprouvettes brasées présentant une endurance en fatigue plus faible après normalisation [BUT 12]. Cette différence de comportement pourrait être liée à une différence d’état de surface. En effet, dans l’étude de Butéri *et al.* des GPR, présentes à la surface des éprouvettes brasées, affectaient fortement les propriétés de tenue à la fatigue. Or, les éprouvettes brasées

2. à nuancer par le plus faible nombre d’éprouvettes non brasées testés

dans le cadre de ce travail ne présentent aucune GPR, ce qui expliquerait la superposition observée dans notre cas.

Le caractère plat des courbes de fatigues obtenues est mis en évidence figure 3.15. Sur ces graphiques, la matière Std brasée est comparée à un alliage d'aluminium de la série 5XXX à l'état O (épaisseur 2mm) étudié dans des conditions similaires (fatigue uni-axiale, $R=0.1$, température ambiante). La différence de comportement se fait surtout sentir au fort nombre de cycles (après normalisation, figure 3.15.b). Ainsi, la limite de fatigue à 10^5 cycles est d'environ 60% et 95% du R_m respectivement pour l'alliage 5XXX et pour la matière Std alors que la limite de fatigue à 10^6 cycles s'établit à environ 40% et 80% du R_m respectivement pour l'alliage 5XXX et pour la matière Std. Les deux matières présentent des pentes différentes ; l'alliage Std s'éloignant du comportement en fatigue classique présenté par d'autres alliages d'aluminium.

Afin de comprendre l'origine de ces bonnes propriétés en fatigue (limite de fatigue à 10^6 cycles supérieure à 80% du R_m), il est nécessaire de déterminer les mécanismes d'endommagement de cette matière en chargement cyclique. L'étude des éprouvettes après essais permet de mettre en évidence des bandes de glissement persistantes sur la tranche des éprouvettes après essais de fatigue comme le montre la figure 3.16. L'état de surface, très chahuté résultant de la découpe des éprouvettes par électro-érosion, ne permet pas d'observer dans de bonnes conditions l'endommagement des tranches. De même, l'aspect bosselé de la surface après brasage des éprouvettes (figure 3.1) ne permet pas non plus l'observation des mécanismes par microscopie optique. Il apparaît donc nécessaire de polir les éprouvettes sur chacune de leur face y compris sur leur tranches.

3.2.3 Influence du polissage sur la tenue en fatigue

Une telle opération de polissage peut avoir des conséquences sur la tenue en fatigue des éprouvettes comme le montrent de nombreuses études [WAG 99, NOV 04, CHO 14]. Des essais préliminaires sur éprouvettes polies ont été effectués et sont comparés aux résultats obtenus pour les éprouvettes non polies (figure 3.17).

Il apparaît qu'un polissage superficiel permettant une observation optique des surfaces n'a que très peu d'impact sur la durée de vie et sur le comportement en fatigue des éprouvettes, les deux courbes se superposant quasi-parfaitement. Les carrés entourés de noir correspondent aux essais qui ont été suivis par microscopie optique de façon *ex-situ*. Ceux-ci montrent par la même occasion que l'interruption des essais n'a, à priori, pas modifié le comportement du matériau en fatigue.

Les paragraphes suivants sont organisés de sorte à, dans un premier temps, identifier les étapes d'amorçage et de propagation des fissures. Puis dans un second temps, à mettre en relation cet endommagement avec la microstructure de la matière Std après brasage. L'étude des essais *in-situ*, réalisés en tomographie synchrotron, viendra compléter ces résultats dans une dernière partie.

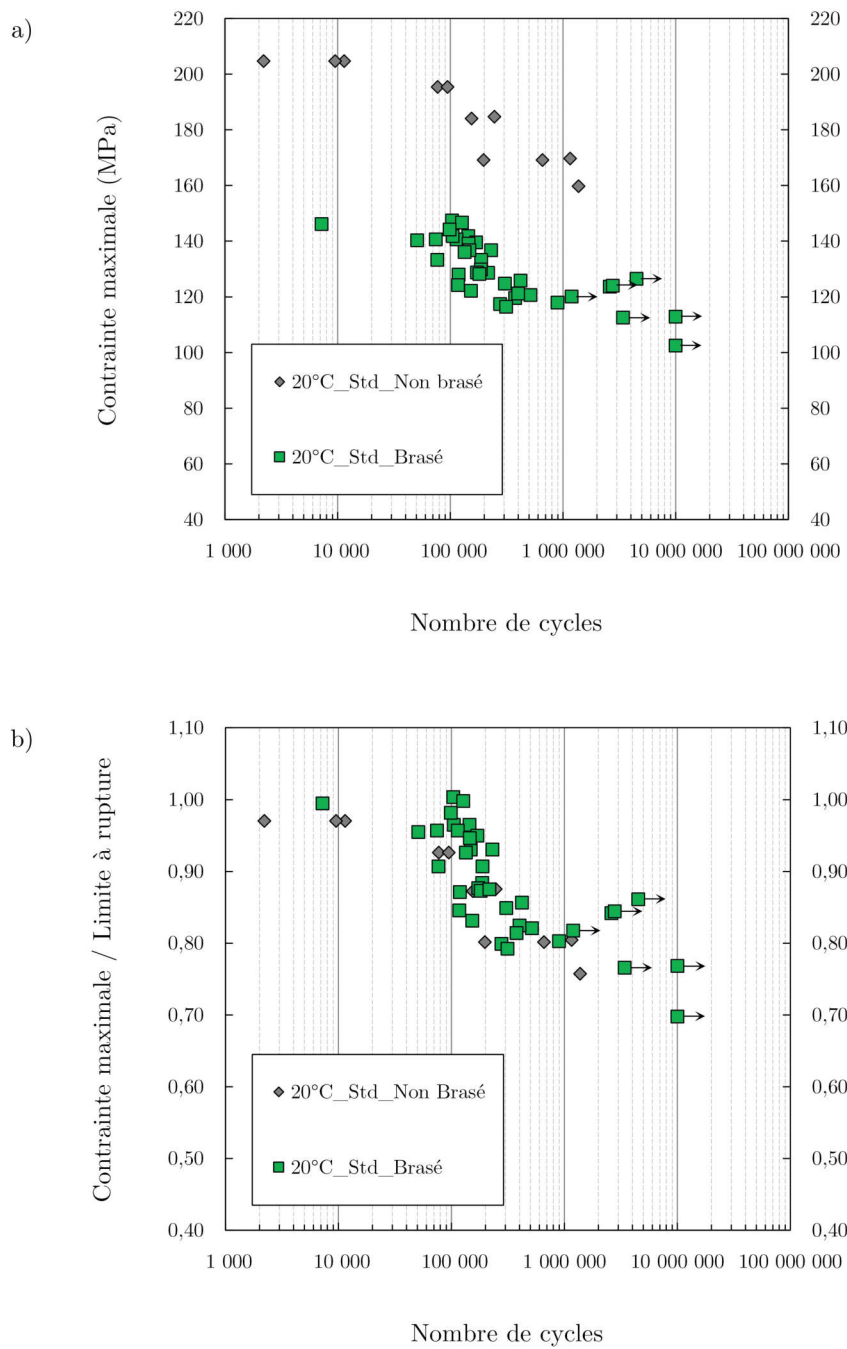


FIGURE 3.14 – Courbes de fatigue de la matière Std avant et après brasage à température ambiante. Les points avec les flèches représentent les éprouvettes non rompues. a) Courbe de fatigue standard donnant la contrainte de fatigue maximale appliquée en fonction du nombre de cycles à rupture et b) Courbe de fatigue normalisée donnant le ratio de la contrainte de fatigue maximale sur la limite à rupture de chaque matière en fonction du nombre de cycles à rupture. ($R=0.1$, $\Delta\sigma = cte$, température ambiante et $f=10\text{Hz}$)

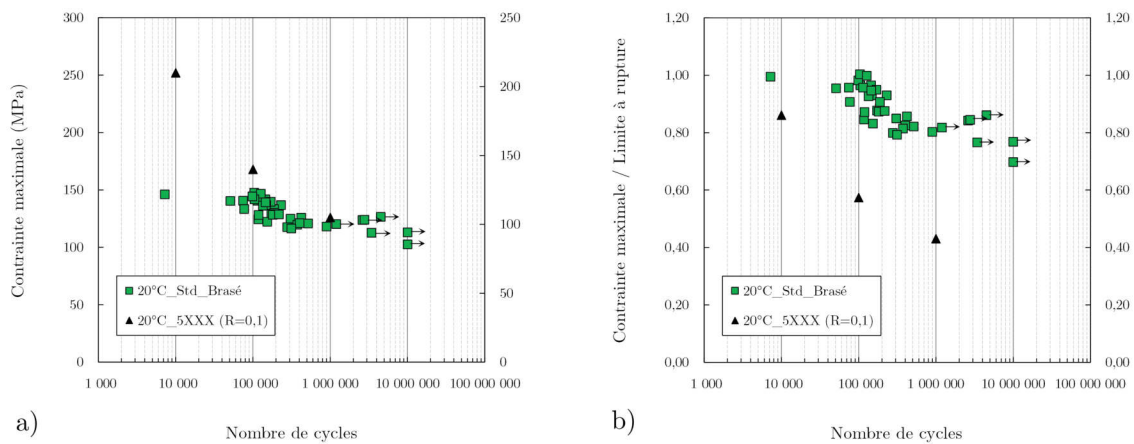


FIGURE 3.15 – Courbes de fatigue comparant le comportement de l’alliage Std après brasage à température ambiante à un alliage laminé de la série 5XXX à l’état O (épaisseur 2mm). a) Courbe de fatigue donnée en fonction de la contrainte maximale et b) Courbe de fatigue normalisée par la limite à rupture. ($R=0,1$, $\Delta\sigma = cte$, température ambiante et $f=10\text{Hz}$)

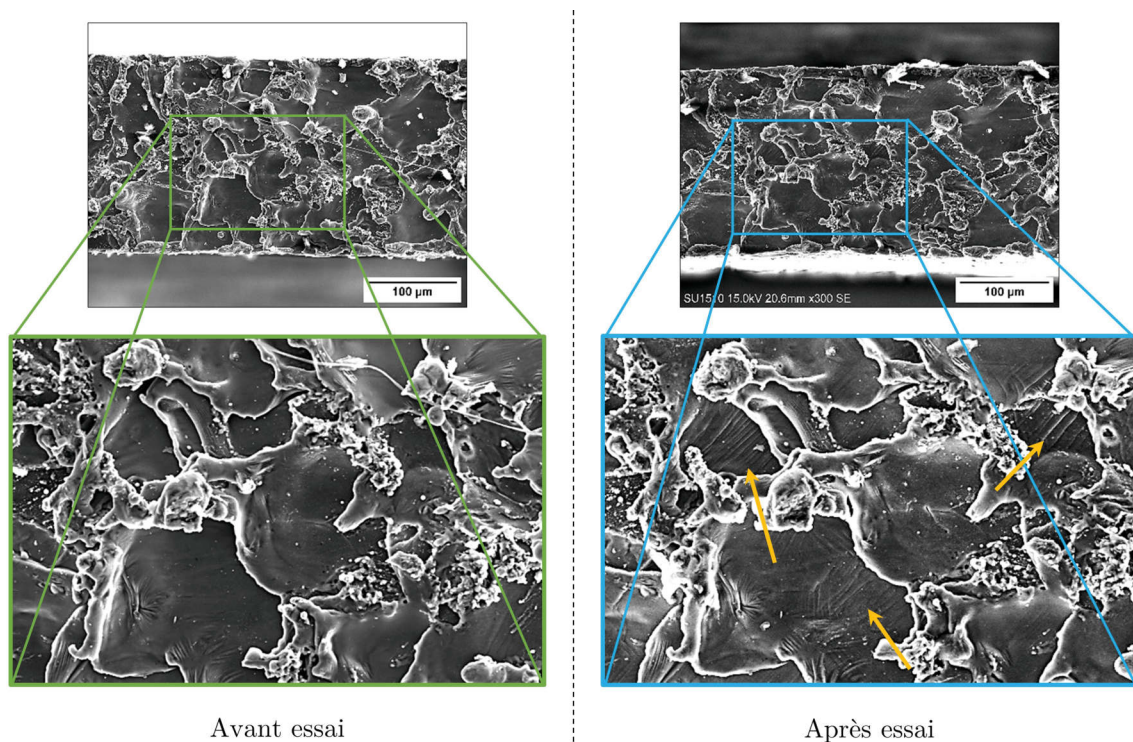


FIGURE 3.16 – Micrographies obtenues au MEB de la tranche d’une éprouvette avant et après essai de fatigue. Après essai, des bandes de glissement persistantes sont visibles (flèches jaunes). Le faciès, très tourmenté, est le résultat de la découpe par électro-érosion

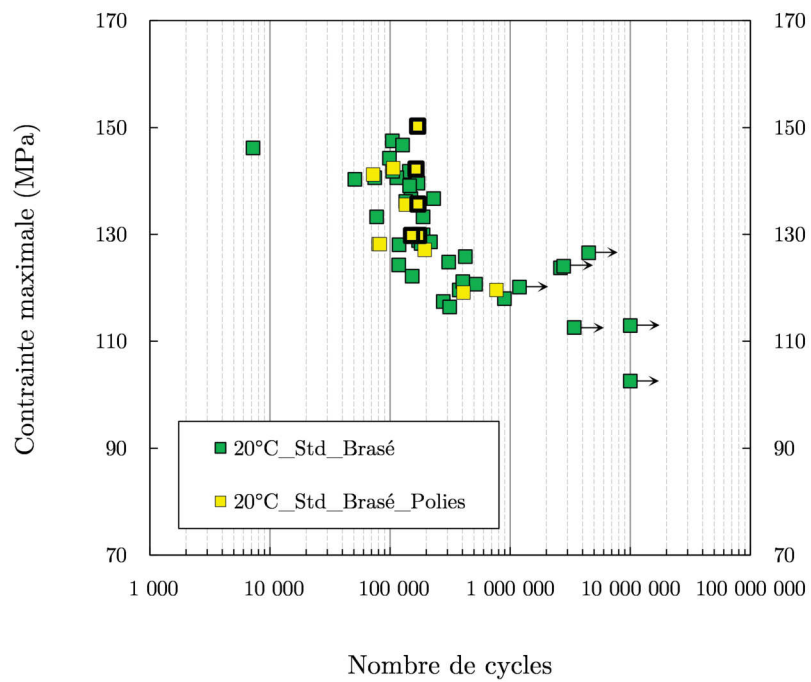


FIGURE 3.17 – Comparaison des courbes de fatigue de la matière Std brasée à température ambiante sans et avec polissage. Les points entourés en noir correspondent aux essais ayant fait l'objet d'un suivi par microscopie optique. ($R=0.1$, $\Delta\sigma = cte$, température ambiante et $f=10\text{Hz}$)

3.3 Mécanismes d'endommagement à température ambiante

3.3.1 Amorçage et propagation avec suivi optique des fissures

Les résultats présentés dans ce paragraphe ont été obtenus sur différentes éprouvettes de fatigue dont les caractéristiques et paramètres d'essais sont donnés dans le tableau 3.3. Certains essais de fatigue ont été arrêtés volontairement pendant la propagation stable de la (des) fissure(s) avant la rupture finale de l'éprouvette. Ces essais sont notés comme interrompus dans le tableau. A noter que le nombre de fissures suivies en microscopie optique a également été reporté dans celui-ci. Il ne s'agit pas du nombre total de fissures se propageant dans l'échantillon, mais uniquement du nombre de fissures ayant fait l'objet d'un suivi optique au cours de l'essai. Les éprouvettes de fatigue sont identifiées selon la nomenclature suivante : **Std-P-x** avec **Std** le nom de la matière, **P** ou **NP** selon que l'éprouvette soit **Polie** ou **Non Polie** et **x**, le numéro de l'essai. A noter que dans le cas d'une éprouvette présentant plusieurs fissures le suffixe **-fy** sera ajouté avec **f** pour **fissure** et **y** son numéro.

Comme le montre le tableau 3.3, les résultats présentés dans ce chapitre sont basés sur de nombreux essais. De plus, il est important de noter que les résultats obtenus sont reproductibles d'un échantillon à l'autre. Cependant, pour des raisons évidentes il n'est pas possible d'en faire une présentation exhaustive. De ce fait, les mécanismes observés sur l'ensemble des éprouvettes analysées seront illustrés à partir des échantillons les plus marquants. Pour information, le lecteur pourra trouver d'autres exemples donnés dans l'annexe A.

La présence de bandes de glissement persistante sur les tranches des éprouvettes est la première trace visible d'une évolution irréversible au sein de la microstructure. Ces bandes ont été montrées à la figure 3.16. L'étude des tranches polies des éprouvettes, où les observations en microscopie optique sont plus aisées, permet de confirmer ces observations comme le montre, par exemple, la figure 3.18. Le scénario menant à l'amorçage d'une fissure à partir de ces bandes peut être résumé comme suit :

- En comparant la micrographie optique de l'état initial, figure 3.18.a, à celle après le premier cycle, figure 3.18.b il apparaît que dès la première montée en charge, la matière subit une forte plastification qui se traduit par un nombre important de bandes de glissement permanentes ainsi que par une forte plastification des grains non visible à l'état initial (apparition d'un relief de surface dans les grains déformés) .
- Après 50 000 cycles, figure 3.18.c, des bandes de glissement orientées à 45° apparaissent (cercle en rouge).
- Au bout de 75 000 cycles, figure 3.18.d, les bandes de glissement sont beaucoup plus développées, preuve d'une forte déformation plastique.
- Figure 3.18.e, après 80 813 cycles la fissure est observée. Celle-ci n'est pas encore traversante et se propage d'une face à l'autre. Ce n'est qu'après avoir traversé l'épaisseur que la fissure se propage dans la largeur de l'éprouvette en moyenne perpendiculairement à l'axe de sollicitation et jusqu'à rupture complète (figure 3.18.f).

3. L'éprouvette Std-P-00 n'a été polie que sur les tranches, ses faces sont non polies

Nom	Charge (MPa)	Σ_R	Rupture finale	Nb de cycles à rupture	Fissures suivies	Analyses
Std-P-00 ³	128	0.87	oui	82 232	1	suivi optique
Std-P-01	142	0.97	oui	165 222	2	suivi optique, fractographie
Std-P-02	130	0.88	oui	172 716	1	suivi optique
Std-P-03	136	0.92	interrompue	171 200	2	suivi optique, tomographie, MEB, EBSD
Std-P-04	130	0.88	interrompue	151 550	1	suivi optique, tomographie
Std-P-05	150	1.00	interrompue	170 000	3	suivi optique, tomographie, MEB, EBSD
Std-P-06	135	0.92	oui	134 779	0	fractographie
Std-NP-01	136	0.93	oui	134 632	0	fractographie

TABLE 3.3 – Conditions expérimentales des essais de fatigue sur la matière Std brasée et détail des analyses réalisées. Les éprouvettes notées comme interrompues ont été arrêtées juste avant la rupture finale

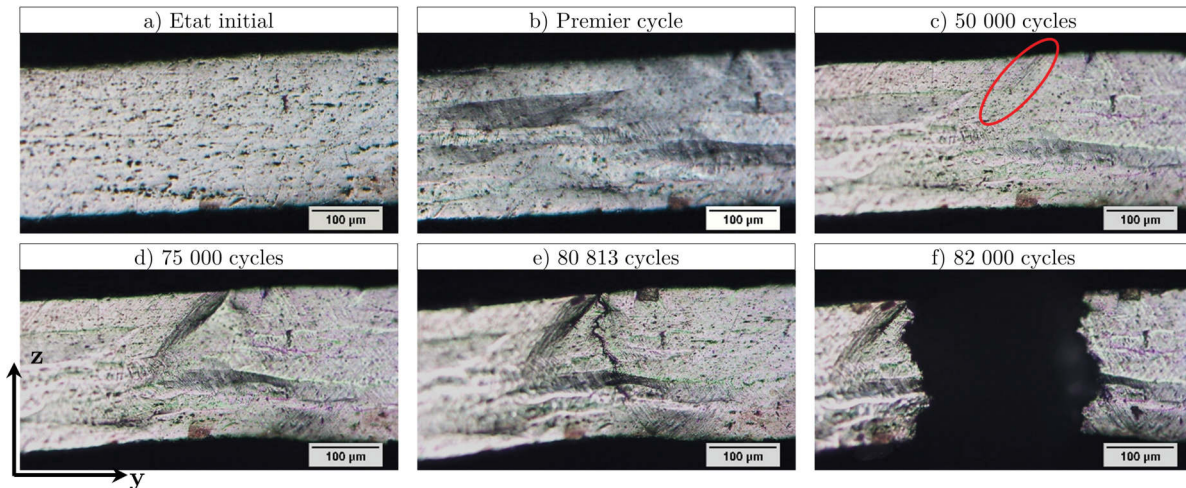


FIGURE 3.18 – Micrographies optiques de la tranche polie de l'éprouvette de fatigue Std-P-00 au cours d'un essai de fatigue. La même zone a été observée a) à l'état initial, b) après le premier cycle, c) après 50 000 cycles, d) après 75 000 cycles, e) après 80 813 cycles, et f) après 82 200 cycles

Cet essai met en évidence d'une part, que la valeur élevée du chargement mécanique, de l'ordre de 80 MPa au dessus de limite élastique, appliqué aux éprouvettes, induit une importante plastification et, d'autre part, que la zone d'amorce ne se situe pas sur la tranche mais sur une des faces de l'éprouvette comme le montre la figure 3.19. Cette micrographie optique de l'éprouvette Std-P-00 réalisée après 80 813 cycles, soit juste avant la rupture finale, montre une ouverture de fissure en surface, de l'ordre de $35\mu\text{m}$ de large pour une longueur supérieure à $650\mu\text{m}$. C'est l'extrémité de cette fissure qui est visible sur la figure 3.18.e sur la tranche de l'éprouvette.

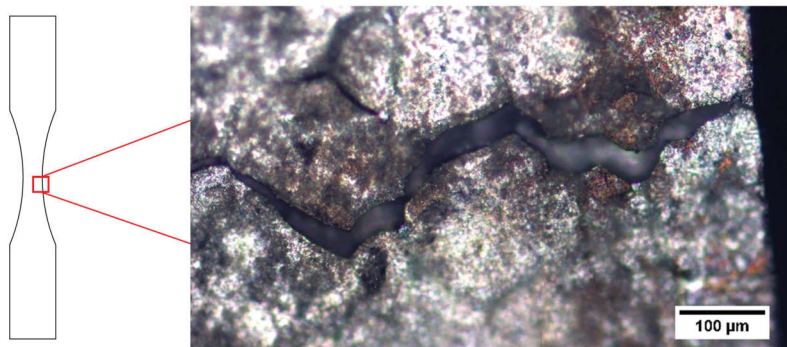


FIGURE 3.19 – Micrographie optique montrant la localisation de la fissure sur la face de l'éprouvette Std-P-00 après 80 813 cycles. La rugosité initiale de la surface de l'éprouvette à laquelle s'ajoute celle induite par le niveau important de plasticité rendent difficile l'observation de la surface en microscopie optique

L'amorçage des fissures se produit sur les faces des éprouvettes. Celles-ci ont donc été étudiées attentivement durant les essais de fatigue suivants. La figure 3.20 montre les micrographies optiques de l'une des faces de l'éprouvette Std-P-02 à l'état initial, figure 3.20.a, et la même région d'intérêt après le premier cycle, figure 3.20.b. La surface ayant été polie sur environ $5\mu\text{m}$, des vallées sont encore visibles à l'état initial. Celles-ci (entourées en bleues) apparaissent alors en noir. De plus, comme observé figure 3.18.a et .b, une forte déformation plastique est présente à la surface de l'éprouvette dès le premier cycle. Les grains, déformés, contiennent de nombreuses bandes de glissement et la rugosité de la surface augmente également. En revanche, en plus de ce qui a pu être observé sur la tranche des éprouvettes, de nombreuses fissures se forment au niveau de ce qui semble être des joints de grains (voir notamment la présence du joint triple indiqué par une flèche rouge). Celles-ci, entourées en rouge figure 3.20.b, sont formées dès le premier cycle. Ces fissures sont nombreuses à la surface des faces de la zone utile des éprouvettes et sont le résultat du fort niveau de chargement (voir également l'annexe A).

La figure 3.21 montre deux fissures situées à la surface de l'éprouvette Std-P-05 et apparues lors du premier cycle. Celles-ci sont situées sur la même face de l'éprouvette à une distance du bord d'environ un quart de la largeur de l'éprouvette. Ces deux fissures appelées dans ce qui suit Std-P-05-f1 et Std-P-05-f2 ont fait l'objet d'un suivi optique décrit ci-après.

L'évolution de la fissure Std-P-05-f2 est donnée figure 3.23. Afin de pouvoir mieux visualiser

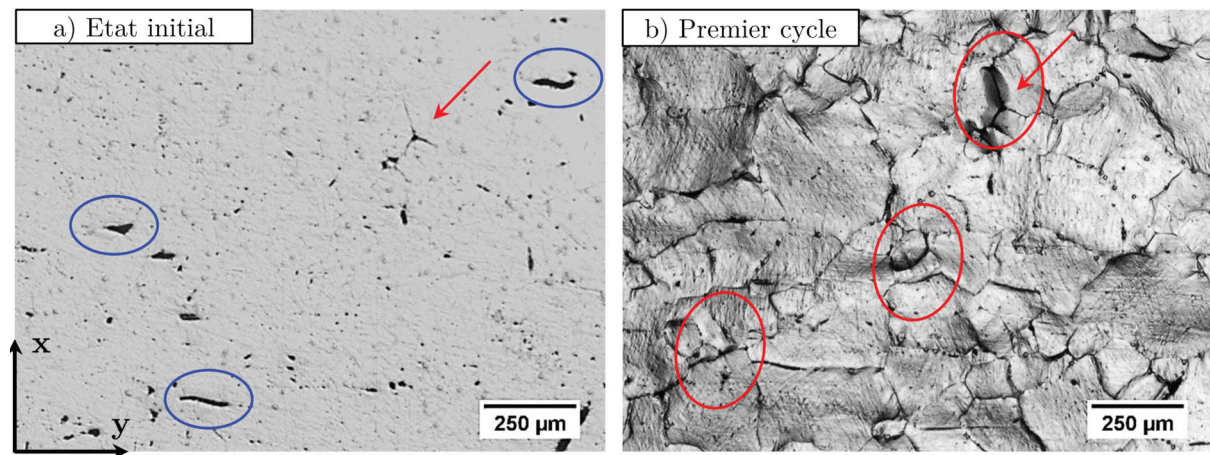


FIGURE 3.20 – Micrographies optiques montrant la même zone de la surface de l'éprouvette Std-P-02 à température ambiante a) à l'état initial et b) après le premier cycle de fatigue ($\sigma_{max}/R_m = 0.88$). Les cercles bleus indiquent la présence de vallées et les rouges indiquent la formation de fissures et les flèches rouges la présence d'un joint triple. Le chargement s'effectue selon l'axe y

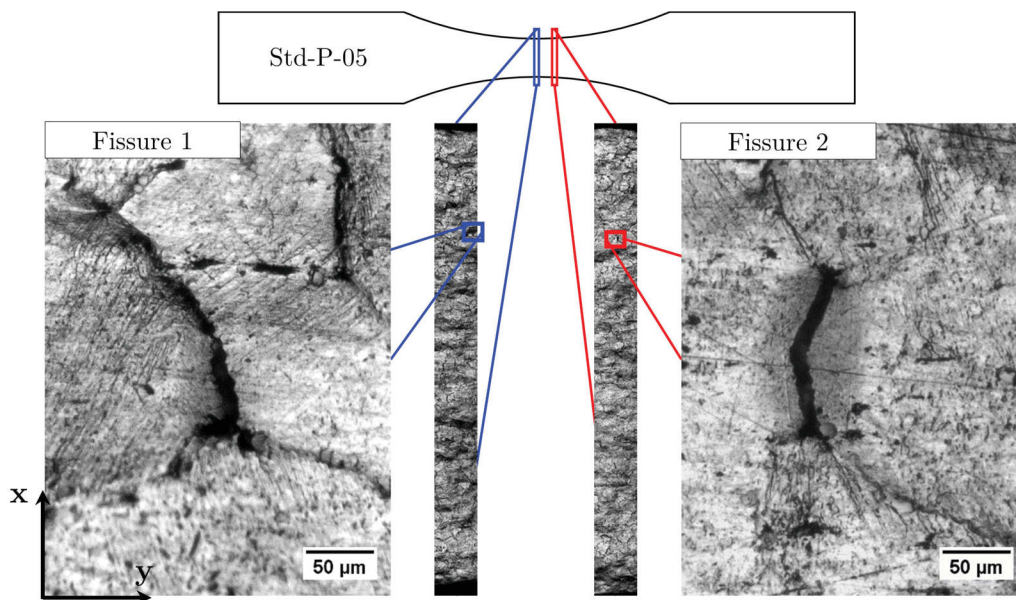


FIGURE 3.21 – Micrographies optiques montrant les deux fissures Std-P-05-f1 et Std-P-05-f2 à la surface de l'éprouvette après le premier cycle. Celles-ci sont positionnées à une distance du bord d'environ 1/4 de la largeur

la propagation de la fissure, une représentation schématique est systématiquement donnée en vis à vis de la micrographie optique. La région colorée en vert correspond à la rupture initiale qui se produit lors du premier cycle. Les zones rouges correspondent à la propagation de la fissure depuis ce défaut.

En se basant sur les observations réalisées figure 3.22, représentatives des mécanismes observés pour la matière Std, mais également sur celles réalisées sur l'ensemble des éprouvettes de cette étude (non présentées dans ce chapitre, un autre exemple est donné annexe A) un certain nombre de conclusions peuvent être tirées de la fissure Std-P-05-f2 :

- Suite à la rupture initiale lors du premier cycle, aucune propagation de surface n'a pu être observée jusqu'au 75 000^{ième} cycle, à la surface, par microscopie optique. Ce qui témoigne d'un temps d'incubation avant la propagation.
- Les premiers stades de la propagation de la fissure sont détectés après 100 000 cycles (soit 59% de la durée de vie).
- La propagation stable de la fissure se poursuit entre le 100 000^{ième} et le 170 000^{ième} cycles. Ce qui correspond, en considérant que l'interruption de l'essai a été réalisée quelques milliers de cycles avant rupture, à environ 40% de la durée de vie de l'éprouvette.

Ces observations sont valables pour les autres fissures étudiées comme par exemple la fissure Std-P-05-f1, à ceci près que, dans ce cas, la propagation commence après 110 000 cycles comme le montre la figure 3.23. A noter que pour ces deux fissures, la taille de pixel est de $0,46\mu\text{m}$, une fissure peut donc être détectée à partir d'une longueur de $1,5\mu\text{m}$

Les ruptures ayant lieu lors du premier cycle sont donc bien des zones d'amorçages privilégiées, les mêmes observations ont été faites pour toutes les autres éprouvettes. Le graphique de la figure 3.24 montre le rapport entre le nombre de cycles de propagation N_p (nombre de cycles durant lesquels la fissure se propage) et le nombre de cycles final N_f (nombre de cycle total jusqu'à l'arrêt de l'essai) de toutes les fissures suivies. Ce rapport est donné sous forme d'une plage de mesure dont les bornes sont données par le dernier cycle où aucune propagation n'a été observé et le premier cycle où la propagation d'une fissure a été détectée (le point central étant la moyenne de ces deux valeurs⁴). Il apparaît que la propagation de la fissure, représente entre 40 à 50 % de la durée de vie des éprouvettes. Cette observation, différente de celles de Buteri *et al.* ainsi que Khal *et al.* est discutée dans le chapitre 5.

Notons également que, du fait de la formation d'un grand nombre de fissures à la surface lors du premier cycle, plusieurs fissures se propagent de façon simultanée. La matière Std est donc sensible à la multi-fissuration.

Le tableau 3.4 synthétise les différentes observations réalisées en microscopie optique sur les éprouvettes de matières Std à température ambiante.

4. Si ce rapport apparaît identique (ou presque) pour toutes les fissures, c'est que les intervalles entre deux mesures sont similaires d'une éprouvette à l'autre

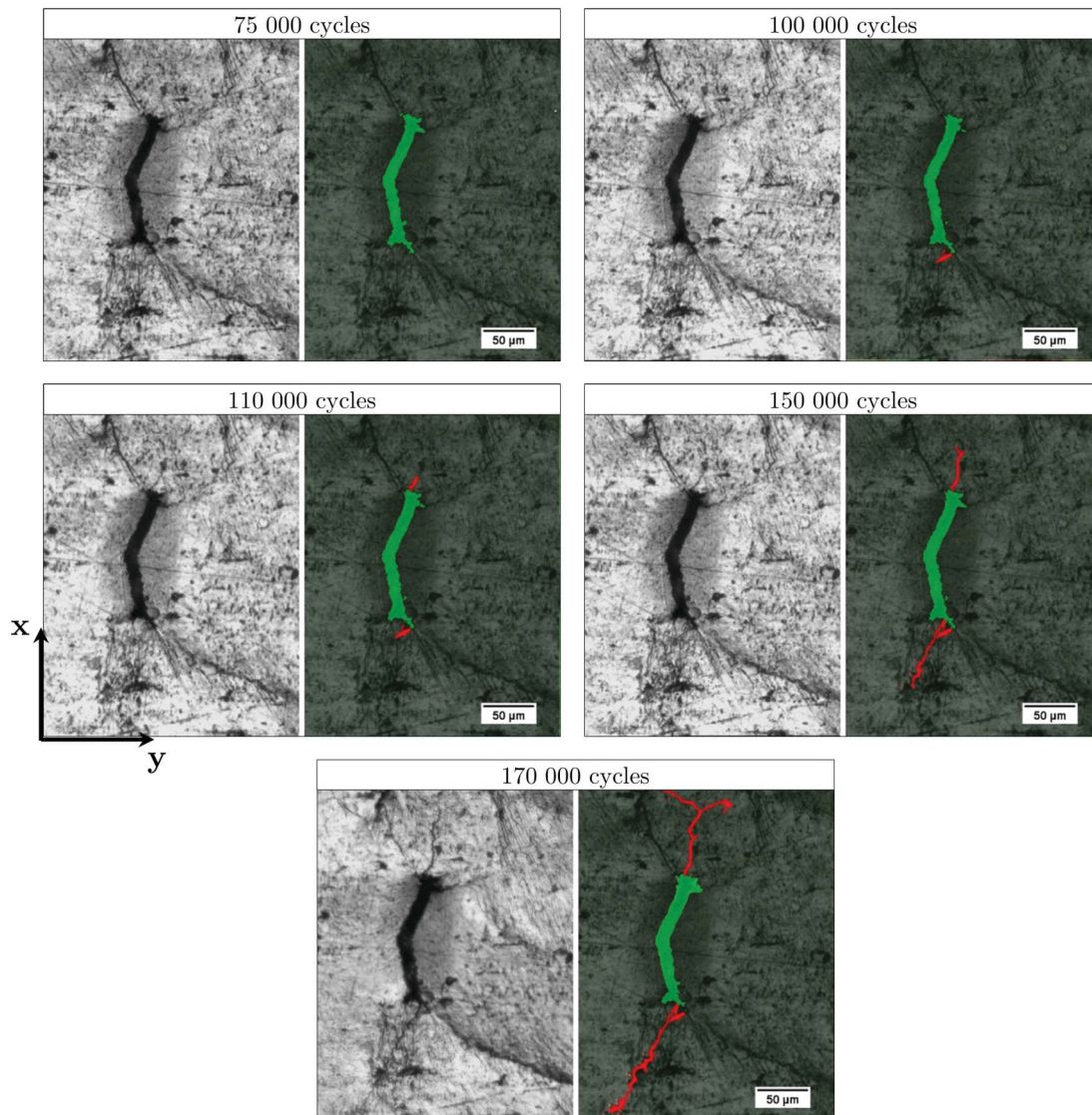


FIGURE 3.22 – Micrographies optiques et représentation schématique de la fissure Std-P-05-f2 sur l'une des faces de l'éprouvette Std-P-05 au cours d'un essai de fatigue à température ambiante. Un joint de grain rompu montrant une forte ouverture (en vert sur les représentations schématiques) est observé après un cycle de chargement. La propagation, après un temps d'incubation (entre environ 44% et 58% de la durée de vie), d'une fissure depuis ce joint rompu est indiquée en rouge sur les vues schématiques. Le chargement s'effectue suivant l'axe y

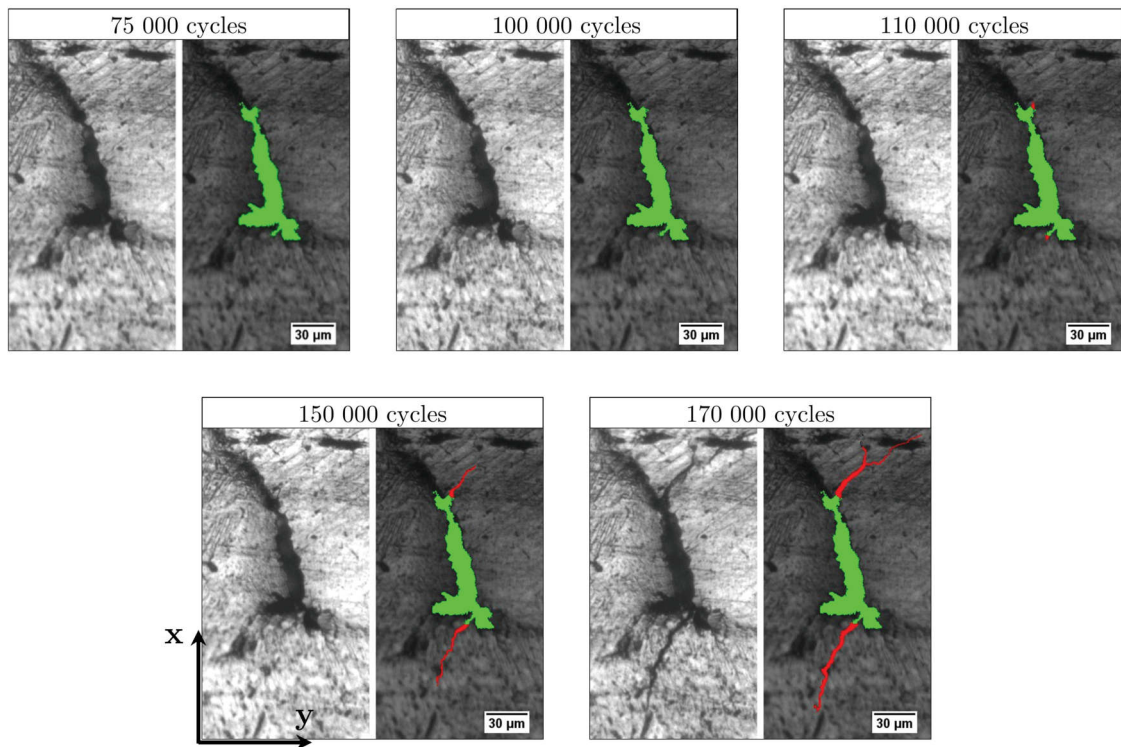


FIGURE 3.23 – Micrographies optiques et représentation schématique de la fissure Std-P-05-f1 sur l'une des faces de l'éprouvette Std-P-05 au cours d'un essai de fatigue à température ambiante. Un joint de grain rompu montrant une forte ouverture (en vert sur les représentations schématiques) est observée après un cycle de chargement. La propagation, après un temps d'incubation (entre environ 58% et 64% de la durée de vie), d'une fissure depuis ce joint rompu est indiquée en rouge sur les vues schématiques. Le chargement s'effectue suivant l'axe y

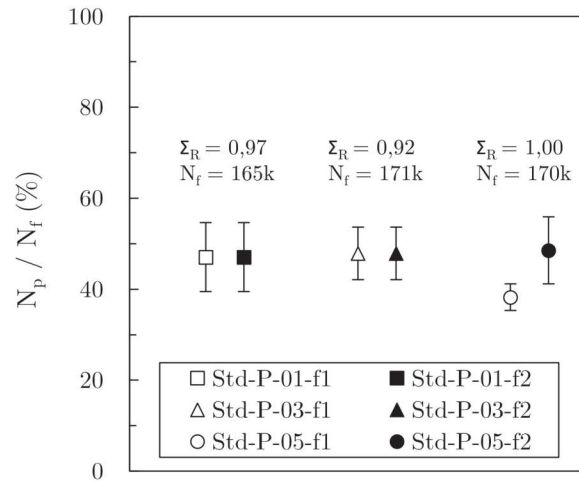


FIGURE 3.24 – Graphique donnant la proportion entre le nombre de cycles de propagation N_p et le nombre de cycles final N_f (en %) de chacune des fissures ayant été suivie en microscopie optique. Les barres d'erreurs correspondent au dernier cycle observé sans propagation, et au premier cycle où la propagation a été détectée, le point central étant la moyenne de ces deux valeurs

Nom	Bandes de glissement persistantes au premier cycle	Amorçage intergranulaire dans le placage résiduel	Nombre de propagation de fissure observé	Détection propagation (N cycle)	N_p/N_f
Std-P-00*	Oui	NA	1	NA	NA
Std-P-01	Oui	Oui	2	[75 000-100 000] pour f1 et f2	[40-55]%
Std-P-02	Oui	Oui	0	NA	NA
Std-P-03	Oui	Oui	2	[80 000-100 000] pour f1 et f2	[42-54]%
Std-P-04	Oui	Oui	1	NA	NA
Std-P-05	Oui	Oui	3	[75000 - 100000] pour f2	[41-56]% pour f2
Std-P-06	NA	NA	0	NA	NA
Std-NP-01	NA	NA	NA	NA	NA

TABLE 3.4 – Synthèse des observations réalisées sur les éprouvettes de matière Std (après braçage) à température ambiante. Les éprouvettes avec le symbole * n'ont été polies que sur la tranche

3.3.2 Étude des faciès de rupture

La majorité des faciès de rupture des éprouvettes non polies et, dans une moindre mesure, polies a été observée. Les observations tirées de ces faciès étant communes entre les différents échantillons, ceux-ci sont décrits, dans la suite de ce paragraphe, au travers des exemples les plus marquants (d'autres exemples sont données dans l'annexe A).

Le faciès de rupture de l'éprouvette Std-NP-01 est montré sur la figure 3.25. Différentes régions sont identifiables sur ce faciès. La première, figure 3.25.b, correspond à l'amorçage de la fissure. Deux zones peuvent être distinguées sur cette micrographie MEB, une zone facettée semblant indiquer une rupture intergranulaire ainsi qu'une zone plus rugueuse correspondant à la propagation stable par fatigue de la fissure. Celle-ci se propage tout d'abord dans l'épaisseur de l'éprouvette comme le montre le figure 3.25.c puis dans la largeur (figure 3.25.d). Enfin, avant la rupture ductile finale de l'éprouvette (figure 3.25.f), une zone de propagation mixte est observée sur la figure 3.25.e. Cette zone, déjà identifiée par Buteri *et al.* [BUT 12], présente à la fois des stries de fatigue et des cupules, témoignant d'un important endommagement ductile. La matière présente, lors du dernier cycle de fatigue, un mode mixte I/III caractérisé par le couplage d'un important endommagement ductile (mode I) à une localisation de la déformation dans des bandes de cisaillement orientées à 45° par rapport à l'axe de sollicitation (voir également figure 1.33).

Bien que présentant de multiples fissures, la majorité des faciès de rupture résulte de la propagation d'une unique fissure. Cependant, la sensibilité de la matière Std à la multi-fissuration, mise en évidence par le suivi optique, peut également être visible sur certains faciès de rupture comme en témoigne la figure 3.26. Ces fractographies réalisées au MEB montrent, sur un même faciès, que plusieurs fissures y ont amorcé et propagé. Les trois régions sélectionnées encadrées en rouge, bleu et vert présentent toutes une zone lisse et anguleuse comme observée figure 3.25.b correspondant à la rupture intergranulaire identifiée par microscopie optique après le premier cycle de chargement.

Sur le faciès présenté figure 3.26 les fissures encadrées en rouge et vert ont donné lieu à une propagation en fatigue bien visible. En revanche celle entourée en bleu semble être restée au stade de rupture intergranulaire. Seule une zone très réduite pourrait indiquer le début d'une propagation en fatigue. À noter que toutes les ruptures intergranulaires observées sont de l'ordre de $30 \mu\text{m}$ soit une valeur proche de la moyenne de la taille des grains de surface. Par ailleurs, des précipités ou des particules sont présents dans les zones de rupture intergranulaire (flèches jaunes). La présence de ces précipités au niveau des joints de grains n'est pas surprenante compte tenu du processus de refroidissement après le brasage (voir paragraphe 1.2.4.2).

La figure 3.27 montre les résultats d'une analyse EDX de ces précipités ou particules. Le premier spectre, en bleu, ne montre la présence qu'en faible quantité d'éléments d'alliage, ce qui semble rapprocher cette zone de la composition du placage résiduel. En revanche, le second spectre, en rouge, révèle une forte présence des éléments Mn, Fe et Si ce qui indique la présence de précipités de type $\alpha\text{-Al}(\text{Mn,Fe})\text{Si}$ dans les zones d'amorce.

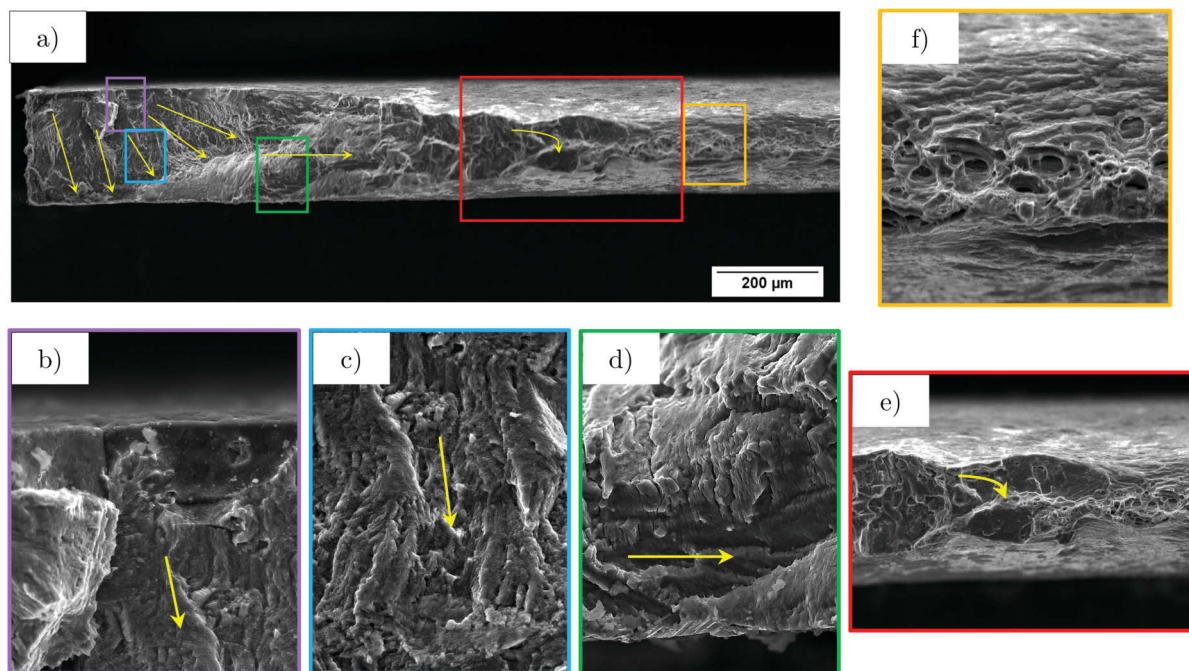


FIGURE 3.25 – Fractographies réalisées au MEB montrant le faciès de rupture de l'éprouvette Std-NP-01. a) vue générale du faciès, b) zone d'amorçage de la fissure, la zone lisse correspond aux décohésions intergranulaires visibles, par exemple, sur la figure 3.21, c) propagation stable par fatigue dans l'épaisseur de l'éprouvette, d) propagation stable par fatigue dans la largeur, e) zone mixte présentant à la fois des cupules et des stries de fatigues et f) zone de rupture brutale ductile présentant une forte striction. Les flèches jaunes indiquent la direction de propagation

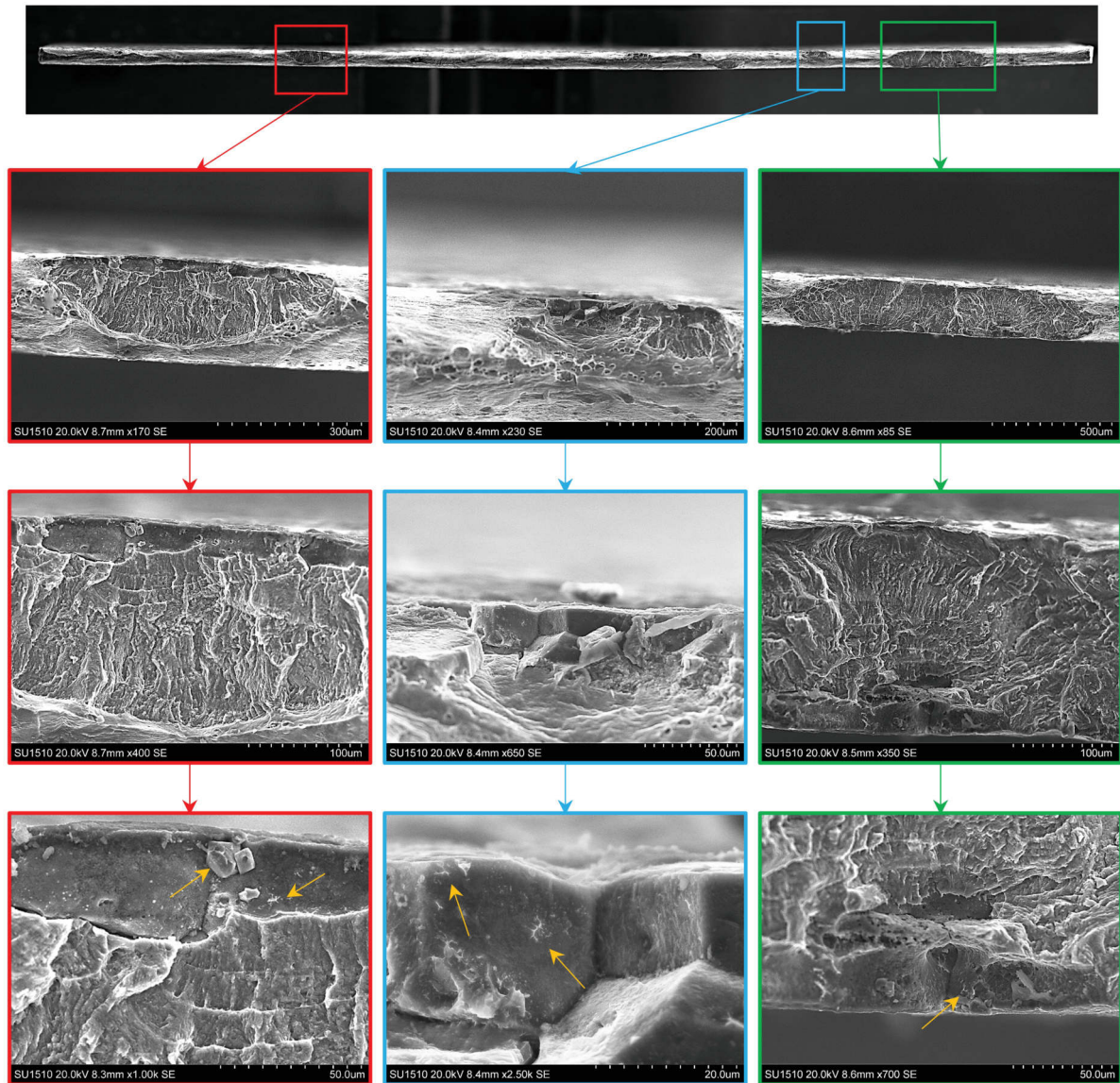


FIGURE 3.26 – Fractographies réalisées au MEB montrant le faciès de rupture de l'éprouvette Std-P-06. Les agrandissements des différents sites d'amorçage et de propagation sont présentés dans les carrés rouges, bleus et verts. Les zones lisses correspondent aux zones d'amorçage intergranulaire

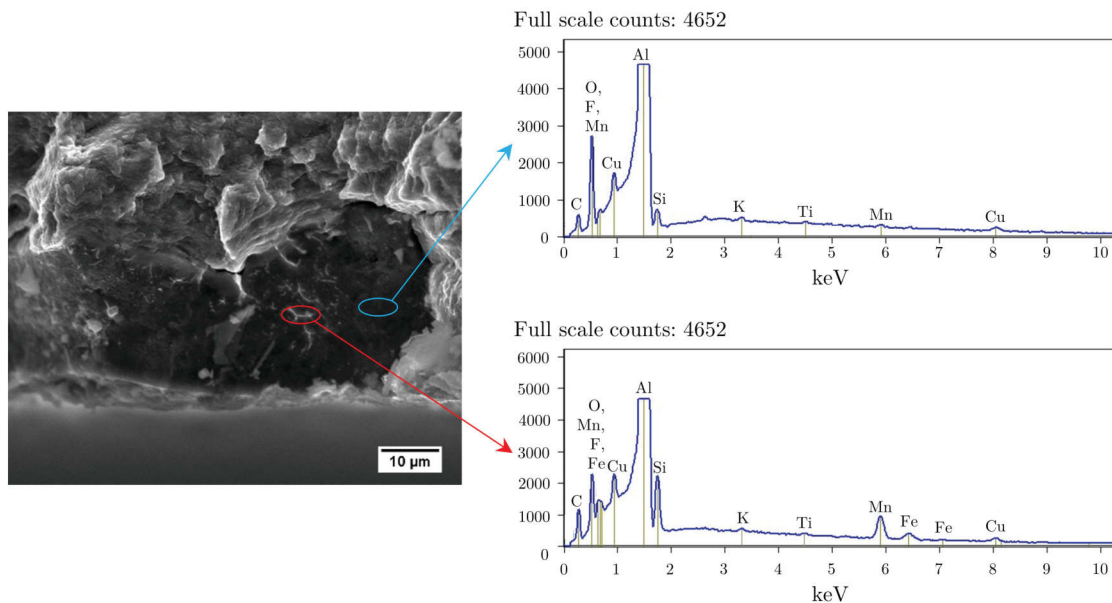


FIGURE 3.27 – Analyse EDX des particules/précipités au sein des facettes correspondant aux régions d’amorce intergranulaire. La zone entourée en rouge correspond à l’analyse d’un précipité tandis que la zone bleue correspond à l’analyse d’une zone sans précipité

3.3.3 Morphologie et microstructure des fissures

La morphologie de la fissure Std-P-05-f1 a été observée par tomographie de laboratoire. Cette fissure, représentative des différentes fissures analysées par tomographie X, est présentée figure 3.28. L’orientation de l’échantillon est donnée figure 3.28.d, l’axe de sollicitation étant l’axe Y. La figure 3.28.a est une coupe reconstruite suivant un plan XY parallèle à la surface de l’échantillon et situé juste sous celle-ci. On y reconnaît la fissure Std-P-05-f1 présentée sur la micrographie optique 3.23 après 170 000 cycles. A noter que cette coupe met en évidence la présence de nombreux précipités rompus (entourés en noir). Vue en coupe suivant le plan YZ, en rouge, et donnée figure 3.28.b la zone d’amorce intergranulaire apparaît large d’une quinzaine de microns et profonde d’une trentaine de microns soit l’ordre de grandeur observé sur les faciès de rupture et qui correspond également à l’épaisseur de la première couche de grains (figure 3.3.b). La propagation de la fissure se fait à partir de ce défaut et apparaît clairement sur la figure 3.28.c. Il s’agit d’une projection de toutes les coupes suivant les plans XZ contenant la fissure réalisée à l’aide de l’extension Z-project Min du logiciel Fiji. Cette extension permet de créer une image dont chacun des pixels contient la valeur minimale du niveau de gris prise sur l’ensemble des images de la pile à chaque emplacement de pixel. La fissure, qui apparaît en noir dans les différentes coupes, est ainsi projetée laissant apparaître sa forme. Les pointillés jaunes délimitent la zone de rupture intergranulaire ; la zone de propagation à partir de ce défaut a une forme elliptique comme indiqués par les pointillés verts.

La microstructure autour de cette fissure Std-P-05-f1 est détaillée figure 3.29. La coupe réalisée par polissage ionique selon le plan indiqué par les pointillés en rouge, (voir micrographie optique figure 3.29.a), a permis l’acquisition d’une carte EBSD qui permet d’étudier la cris-

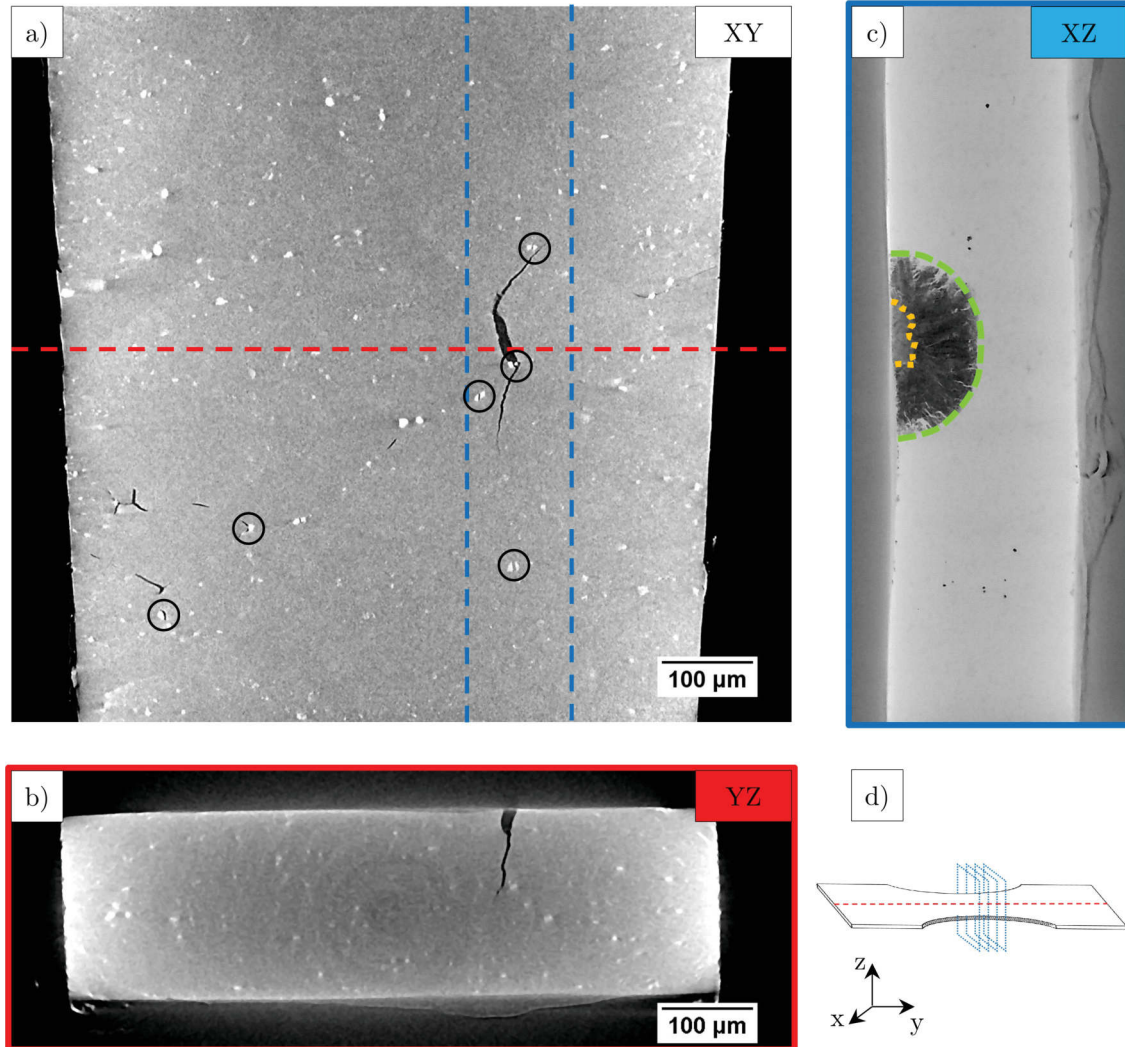


FIGURE 3.28 – Coupes tomographiques montrant la morphologie de la fissure 1 de l'éprouvette Std-P-05 après 170 000 cycles (taille de voxel $0.7 \mu\text{m}$) - a) coupe parallèle à la surface de l'échantillon selon le plan XY, b) coupe perpendiculaire à la surface selon le plan YZ, c) visualisation de la fissure projetée selon le plan XZ via la fonction Z-project-MIN et d) vue schématique donnant l'orientation de l'éprouvette

tallographie locale au voisinage de la fissure (figure 3.29.b), celle-ci nous permet de dresser les constatations suivantes :

- Le caractère intergranulaire de l’amorçage semble confirmé ; le léger décalage par rapport à la position du joint de grain s’explique par la position du plan de la cartographie EBSD qui est situé à l’extrémité de l’amorce⁵.
- Cette cartographie montre clairement en outre que la propagation interne de la fissure se fait de façon transgranulaire et est sensible à la présence des joints de grains qui induisent des déviations.
- Enfin, certains grains apparaissent fortement déformés, des bandes de cisaillement à 45° sont observées comme le montrent la carte de désorientation (figure 3.29.d). Cette observation rejoint celle de Hurley *et al.* ainsi que d’Albou *et al.*, ces auteurs ayant observé de telles bandes lors de la déformation d’alliages d’aluminium [HUR 03, ALB 10]. A noter que la base de la fissure est située entre un grain fortement déformé (en bleu) et plus faiblement déformé (en vert) comme le montre respectivement les figures de pôles inverses de ces deux grains (figure 3.29.e).

L’échantillon, une fois analysé par EBSD, a été attaqué au réactif de Keller (micrographie optique figure 3.29.c) révélant la présence du placage résiduel au niveau de la base de la fissure. Il a été montré au paragraphe 3.1.2 que le placage diffuse au niveau des joints de grains. Sa présence était donc attendue. Néanmoins, la fissure se situe au niveau d’une zone où une forte diffusion est observée et surtout entre un grain ayant été peu affecté et un grain fortement pénétré.

La fissure 2 provenant de l’échantillon Std-P-03 a également fait l’objet d’analyses EBSD après polissage ionique. Dans un premier temps le polissage a été effectué parallèlement à la surface, comme le montrent, respectivement, la micrographie MEB et la carte EBSD des figures 3.30.a et .b. Cette vue de face permet de confirmer très clairement le caractère intergranulaire de la zone d’amorce. Puis, dans un second temps, une carte EBSD a été acquise en coupe (figure 3.30.c) dans un plan dont la position est indiquée par les pointillés noirs sur les figures 3.30.a et .b. L’amorce intergranulaire de la fissure y est également bien visible, celle-ci étant limitée par le grain situé en dessous. La propagation de la fissure se fait, comme observé précédemment, de façon transgranulaire et de légères déviations au niveau des joints de grains sont également observées. Certains grains apparaissent fortement déformés, comme le grain violet situé à la base de la fissure à gauche, tandis que d’autres le sont beaucoup moins comme le grain vert situé à droite de la zone d’amorce (voir également la carte de désorientation figure 3.30.d). Tout comme la fissure Std-P-05-f1, la fissure Std-P-03-f2 semble située entre un grain fortement déformé et plus faiblement déformé.

5. il est assez délicat de bien contrôler la localisation de la zone de polissage par faisceau ionique

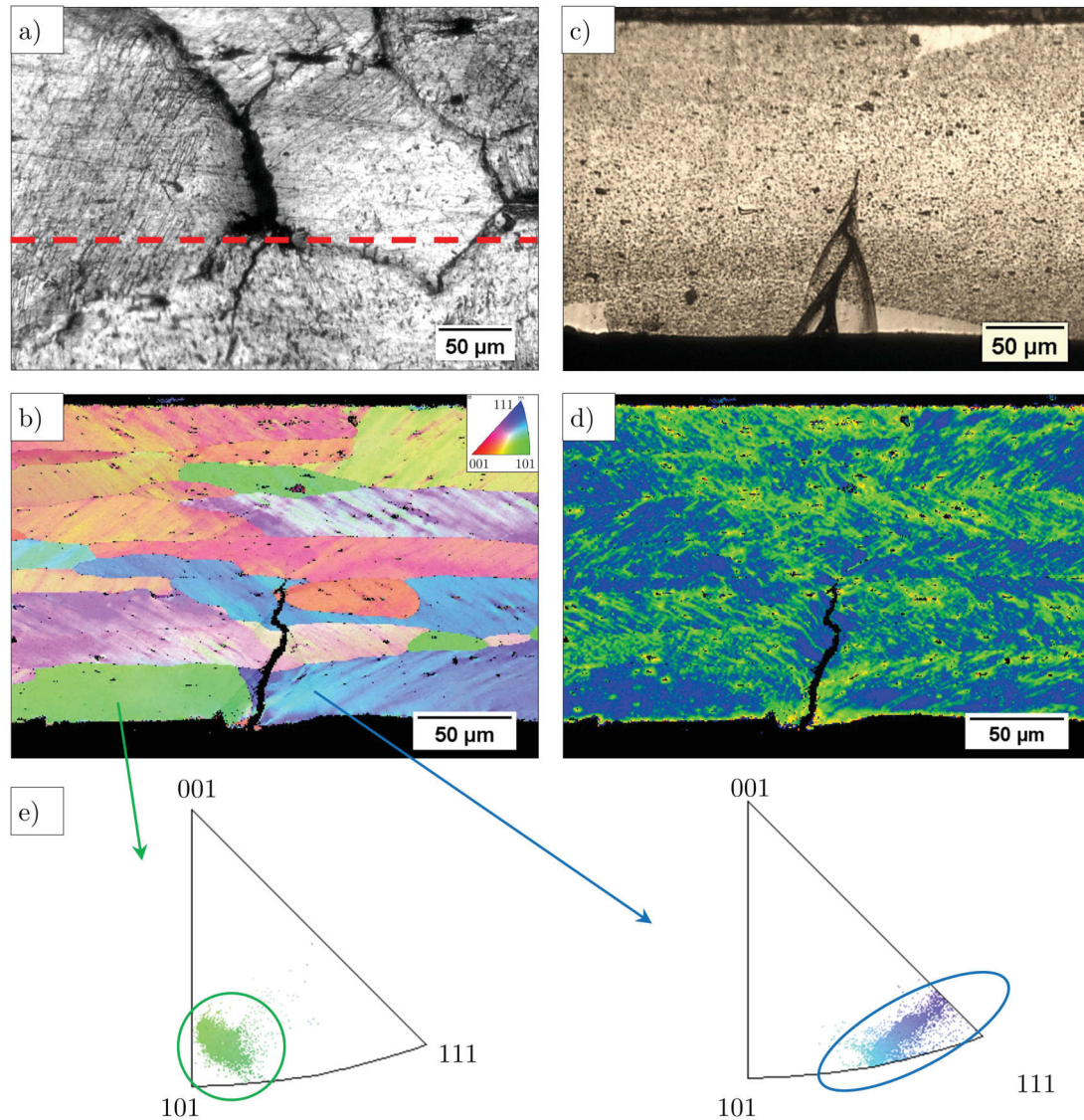


FIGURE 3.29 – a) Micrographie optique de la fissure 1 de l'échantillon Std-P-05, les pointillés rouges indiquent la localisation de la coupe effectuée en b, c et d), b) carte EBSD IPF-Y (pas : $0.7 \mu\text{m}$) montrant la propagation de la fissure, c) micrographie optique après attaque au réactif de Keller, la base de la fissure se trouve dans une zone où le placage résiduel a diffusé, d) carte de désorientation (kernel 3×3) montrant que la fissure a amorcé entre un grain faiblement déformé et un fortement déformé et e) figure de pôle inverse montrant que le grain vert est peu déformé alors que le grain bleu a subi une rotation

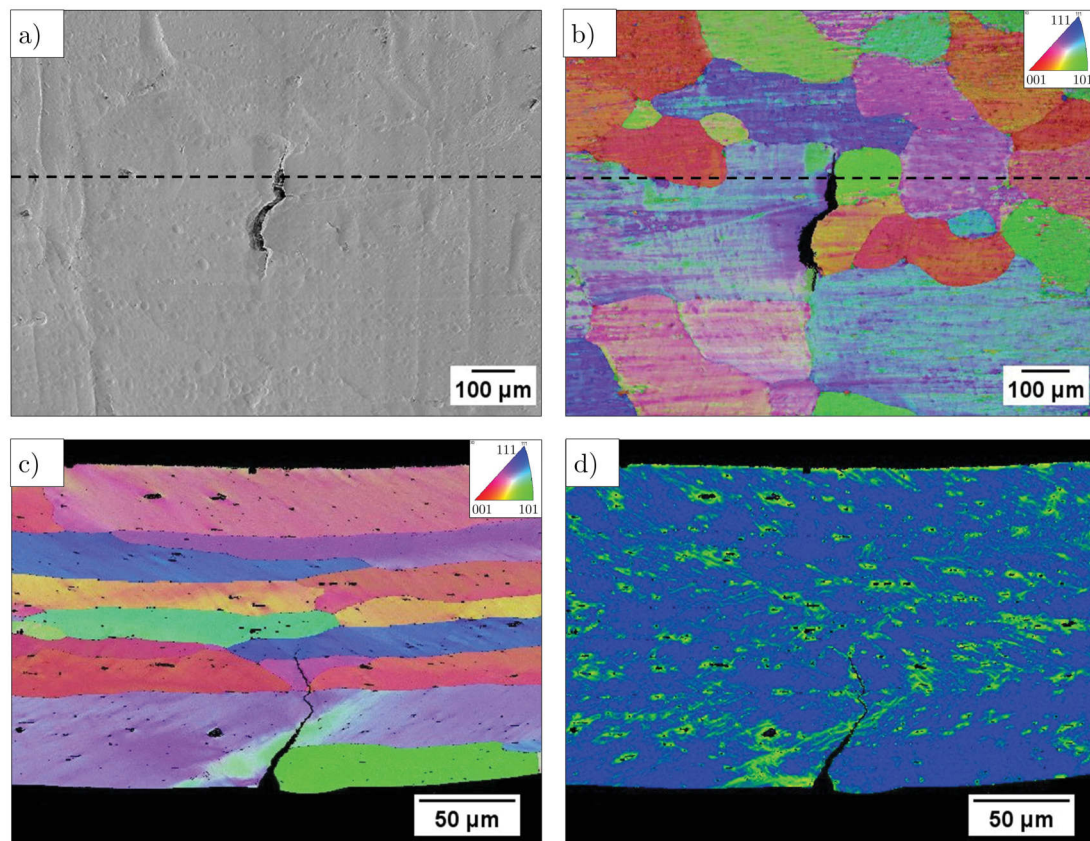


FIGURE 3.30 – a) Micrographie MEB montrant, vue de surface, la fissure 2 de l'échantillon Std-P-03, b) carte EBSD IPF-Z (pas : $1 \mu\text{m}$) donnant l'orientation cristalline de la même région, c) carte EBSD IPF-Y (pas : $0.5 \mu\text{m}$) vue en coupe selon les pointillés donnés en a et b. L'amorçage intergranulaire y est clairement visible et d) carte de désorientation (kernel 3×3) montrant que la fissure a amorcé entre un grain faiblement déformé et un fortement déformé

3.3.4 Caractérisation 3D - Essais de fatigue in-situ

Afin de confirmer et compléter les observations faites sur éprouvettes macroscopiques durant des essais ex-situ, des essais de fatigue in-situ ont été réalisés à l'ESRF sous rayonnement synchrotron. Deux éprouvettes de matière Std (non polies) ont pu être analysées de la sorte et sont appelées par la suite ESRF-Std-NP-1 et ESRF-Std-NP-2 (la géométrie des éprouvettes est donnée figure 2.13.b).

Les observations réalisées à la surface de ces échantillons sont similaires à celle obtenues de façon ex-situ en microscopie optique. La figure 3.31 rassemble ainsi une série d'images montrant une visualisation de la surface du volume 3D de l'éprouvette ESRF-Std-NP-01. A l'état initial, (figure 3.31.a), la forme des grains est reconnaissable et des vallées sont observées. Certains joints de grains sont déjà cassés alors même que l'essai de fatigue n'a pas commencé et que l'éprouvette n'est soumise qu'à une précharge de 4N soit environ 22MPa. Lors de la montée en charge jusqu'à la contrainte maximale appliquée (25N soit environ 130MPa) des joints de grains rompent et ceux déjà cassés s'ouvrent d'avantage (figure 3.31.b). Après 80 000 cycles à cette contrainte, une fissure visible sur le bord supérieur droit de la figure 3.31.c, se propage à partir d'un des joints de grains cassés et donne lieu à la rupture de l'éprouvette (figure 3.31.d).

En réalisant des opérations de seuillage à l'aide du logiciel ImageJ, il est possible d'extraire les informations de volume des différents scans et notamment les fissures. La figure 3.32 montre à différents stades de propagation, le contour de l'éprouvette ESRF-STD-NP-01 (en gris) ainsi que les fissures (en rouge) vues depuis une des faces de l'échantillon ou selon un plan perpendiculaire à la contrainte.

L'état initial (4N, 0 cycle) est montré sur la figure 3.32.a. Comme supposé à partir de l'observation de la face de l'éprouvette (figure 3.31.a), de nombreux joints de grains sont déjà cassés avant même le début de l'essai. Ces ruptures sont réparties sur l'ensemble des deux faces de l'éprouvette et leur profondeur sous la surface est d'environ 30 microns, ce qui correspond à la taille mesurée sur les éprouvettes macroscopiques. La rupture de ces joints de grains s'est probablement produite durant la découpe des éprouvettes, ou lors de leur mise en place dans la machine de fatigue⁶. Néanmoins, compte tenu du fort niveau de chargement lors du premier cycle (proche de la limite à rupture, soit 130MPa), cet endommagement se serait probablement produit de la même sorte. Il ne s'agit donc pas d'un point critique à la conduite de l'essai.

La figure 3.32.b donne l'état de l'éprouvette lors de l'application de la contrainte maximale de l'essai (avec une force de 25N, soit environ 130MPa). Par rapport à l'état initial (figure 3.32.a), l'ouverture des fissures au niveau des joints de grains a augmenté. Cependant, il faut attendre 50 000 cycles (figure 3.32.c) pour observer le début de propagation d'une fissure. La fissuration commence alors à partir des joints de grains cassés et plusieurs fissures se propagent en parallèle, témoignant d'une multi-fissuration comme observé sur les éprouvettes macroscopiques. A noter que les fissures se sont toutes propagées à partir des amorces de la même face (face arrière figure 3.32).

6. La petite taille des éprouvettes, section utile de 0.7mm et longueur de 14mm, rend leur manipulation très difficile.

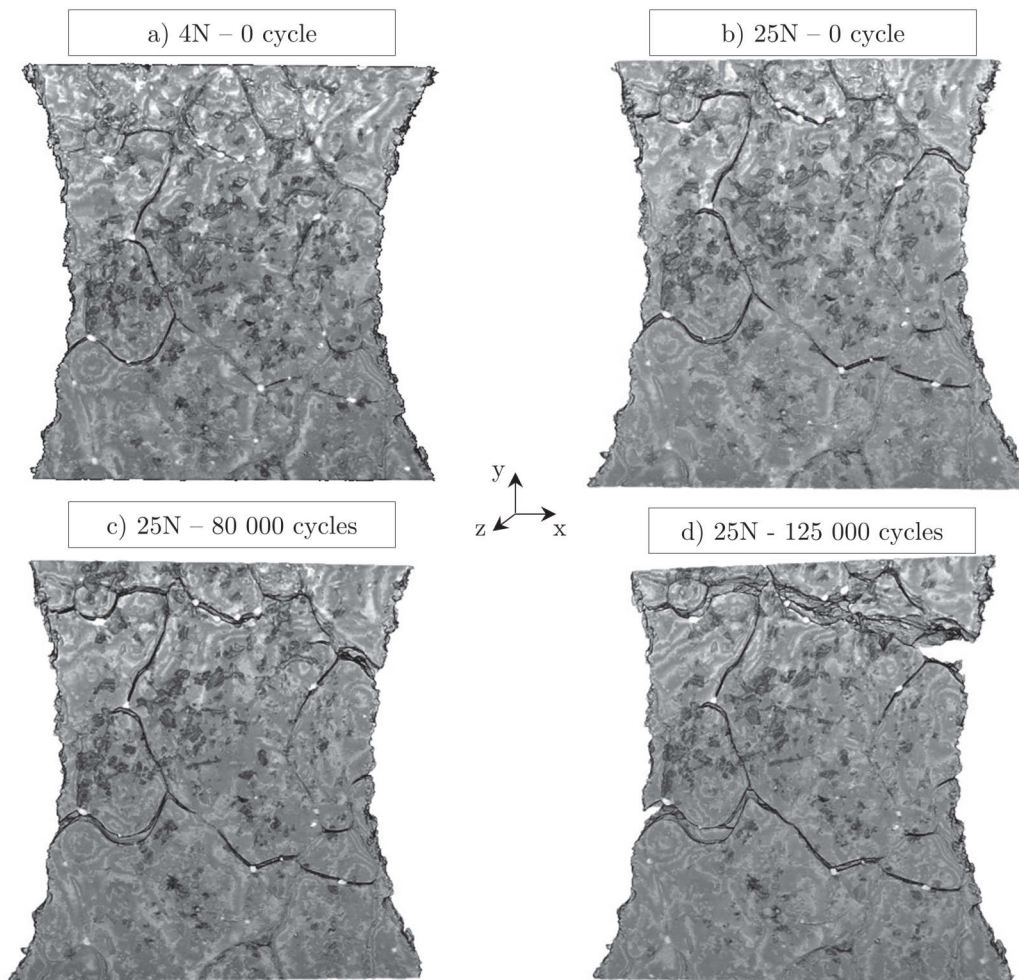


FIGURE 3.31 – Visualisation de la surface d'un volume 3D de l'une des faces de l'éprouvette de fatigue ESRF-Std-NP-1 - a) à l'état initial sous 4N et 0 cycle, b) après avoir atteint la contrainte maximale de l'essai (130MPa, soit 25N) et 0 cycles, c) après 80 000 cycles et d) après 125 000 cycles. Le chargement s'effectue selon l'axe y. Taille de voxel $0.7\mu\text{m}$

Entre 50 000 et 110 000 cycles (figure 3.32.c-g), la taille des différentes fissures augmente, celles situées sur les bord se propageant plus rapidement, d'abord dans l'épaisseur de l'éprouvette, puis dans sa largeur. Les fissures commencent à coalescer à partir de 95 000 cycles (figure 3.32.f), puis après 125 000 cycles (soit juste avant la rupture finale) elles se rejoignent en deux réseaux de fissures visibles figure 3.32.h respectivement en haut à droite et au milieu à gauche de l'éprouvette (vue de face).

La propagation ayant commencé au bout de 50 000 cycles, le ratio entre le nombre de cycles de propagation N_p et le nombre de cycle final N_f (en %) représente environ 60% de la durée de vie de l'éprouvette, ce qui est, du même ordre de grandeur que les ratios mesurés sur les éprouvettes polies (figure 3.24). Rappelons que le pilotage de la machine de fatigue piézoélectrique, utilisée pour réaliser cet essai, se fait en déplacement, ce qui a pu augmenter le nombre de cycles de propagation, (la force ayant chuté au fur et à mesure de l'ouverture des fissures). Par ailleurs, bien que non présentées dans ce manuscrit, toutes ces observations sont également valables pour l'éprouvette ESRF-Std-NP-2 (voir annexe A).

La figure 3.33 met en vis à vis des visualisations 3D des fissures avec des coupes reconstruites sous la surface respectivement à l'état initial (figure 3.33.a) et après 65 000 cycles (figure 3.33.b). Les coupes ont été réalisées à une dizaine de microns sous la surface de sorte à visualiser les zones de diffusion du placage résiduel (celles-ci apparaissent en sombre sur les coupes). L'identification de ces zones en tomographie synchrotron est rendu possible par une différence d'atténuation entre le placage résiduel, constitué d'une solution solide faiblement alliée, et l'âme riche en dispersoïdes ($\alpha - Al(Mn, Fe)Si$). Ces derniers, constitués d'éléments présentant un plus grand numéro atomique, permettent alors d'obtenir un contraste entre le placage résiduel et l'âme. A l'état initial, figure 3.33.a, il apparaît que les joints de grains cassés se situent principalement au niveau des zones d'interfaces entre le placage résiduel et l'âme (zones entourées en jaune). Après 65 000 cycles, figure 3.33.b, ce sont ces zones qui ont donné lieu à la propagation de fissures.

Des coupes similaires ont été réalisées immédiatement sous les deux faces de l'éprouvette ESRF-Std-NP-02 (à environ 10 μm sous la surface) après différents nombres de cycles et sont présentées figure 3.34. Comme observé sur l'éprouvette ESRF-Std-NP-01, les zones de rupture, présentes dès l'état initial, se retrouvent principalement au niveau des interfaces placage résiduel et âme. Les flèches rouges indiquent les joints de grains cassés à partir desquels des fissures se sont propagées. Les lignes horizontales, visibles notamment sur la face 2, correspondent aux traces "fantômes" des fissures dans la colle ayant coulé le long de la surface⁷.

Des coupes réalisées dans le plan YZ de l'éprouvette ESRF-Std-NP-01 à différents nombres de cycles permettent de mieux visualiser le cheminement des fissures à travers l'épaisseur des éprouvettes (figure 3.35.a-e). Les ruptures intergranulaires se font, dans un premier temps, perpendiculairement à l'axe de sollicitation sur une trentaine de microns de profondeur à l'interface entre le placage résiduel (entouré en jaune) et l'âme. Puis, lorsque la fissure atteint la seconde couche de grains, celle-ci est déviée parallèlement à l'axe de sollicitation par décohésion intergranulaire avant de s'arrêter (figure 3.35.a). Lors du premier cycle, figure 3.35.b, les fissures s'ouvrent d'avantage, néanmoins comme indiqué précédemment, il faut attendre 50 000 cycles,

7. Comme spécifié paragraphe 2.4.2.1 les têtes des éprouvettes ont été renforcées par collage de plaques trouées

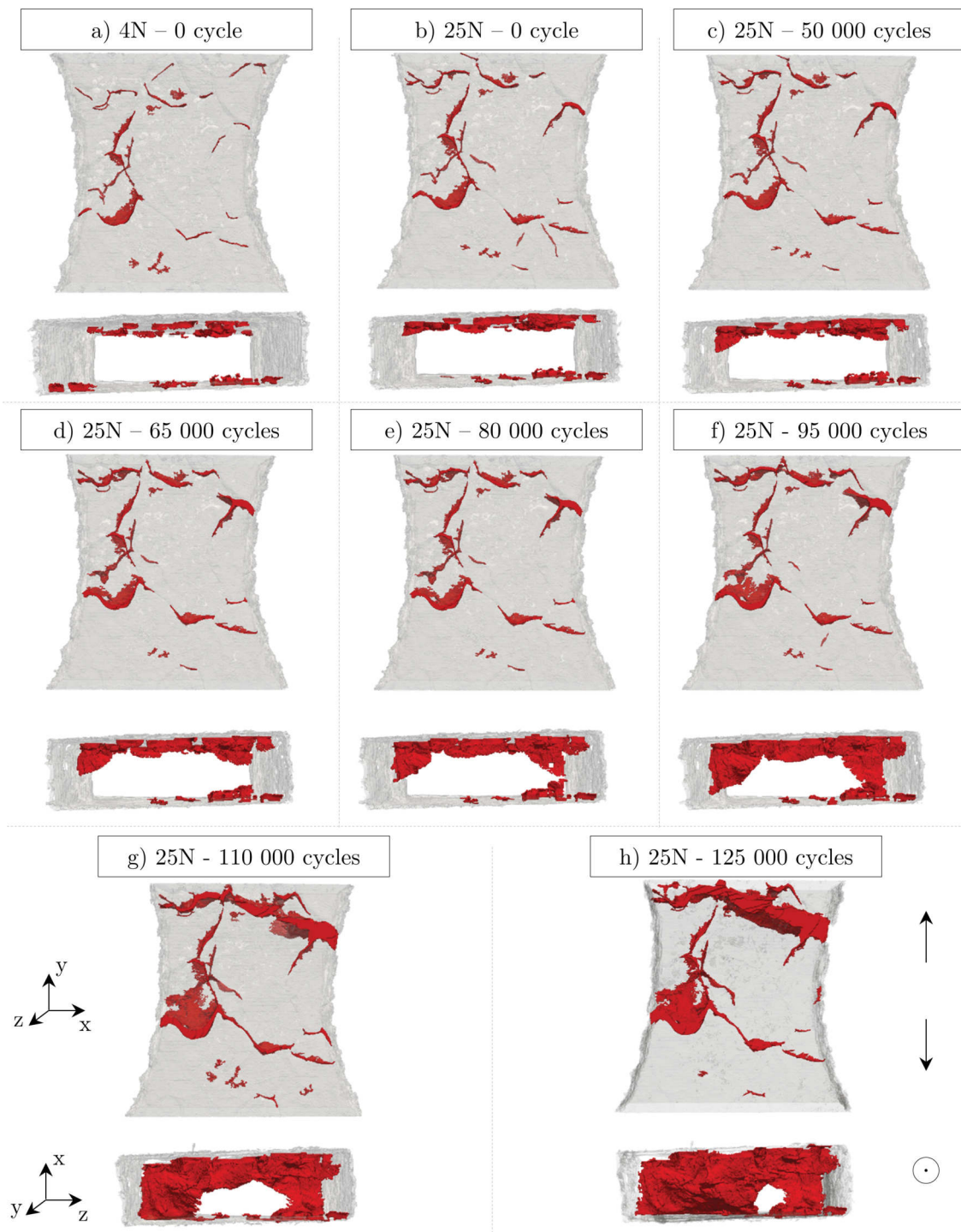


FIGURE 3.32 – Visualisation 3D montrant la propagation des fissures vue de face et selon un plan perpendiculaire à l'axe de chargement y de l'éprouvette ESRF-Std-NP-01 après- a) 0 cycle à 4N, b) 0 cycle à 25N, c) 50 000 cycles à 25N, d) 65 000 cycles à 25N, e) 80 000 cycles à 25N, f) 95 000 cycles à 25N, g) 110 000 cycles à 25N et h) 125 000 cycles à 25N. Taille de voxel $0.7\mu\text{m}$

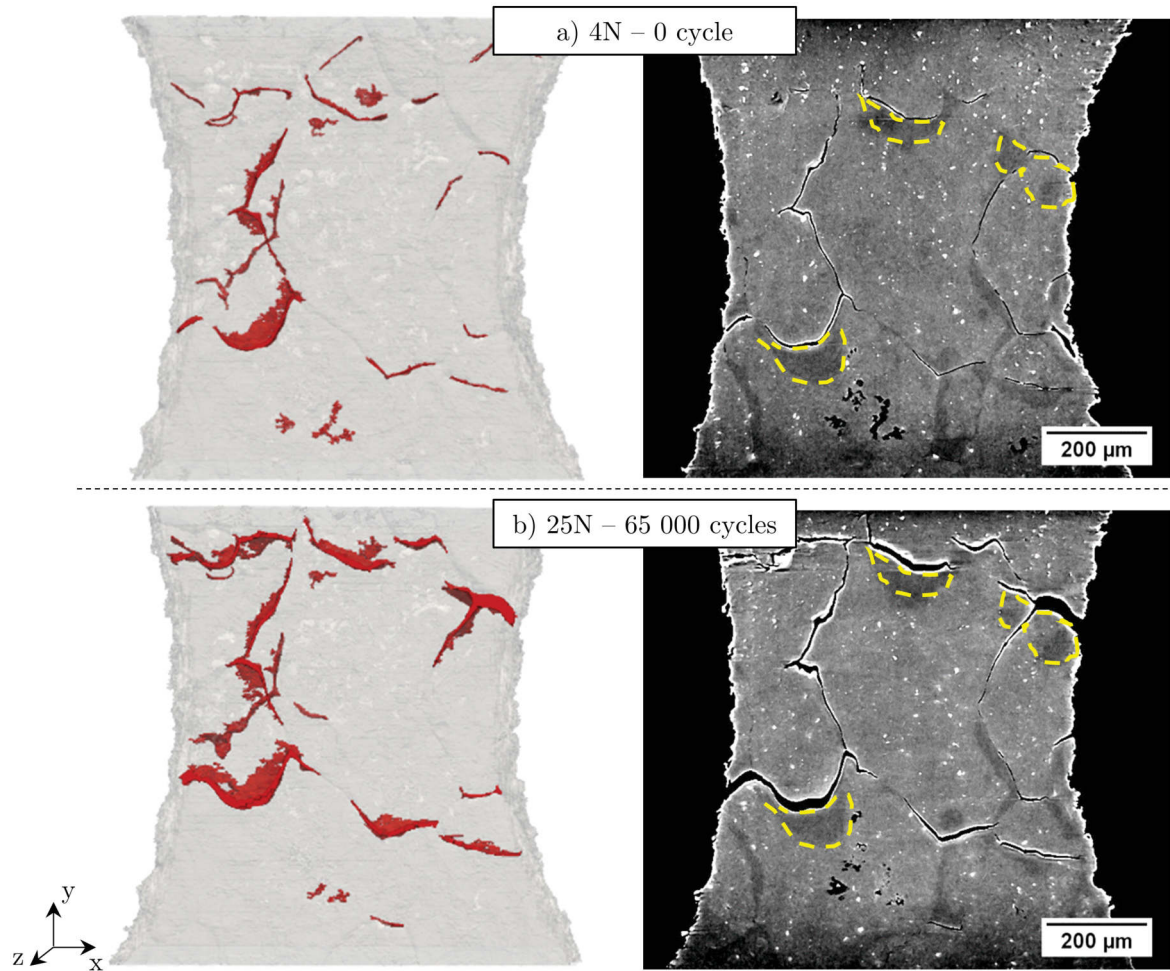


FIGURE 3.33 – Visualisation 3D des fissures et coupes reconstruites une dizaine de microns sous la surface de l'éprouvette ESRF-Std-NP-01 a) à l'état initial (4N-0 cycle) et b) après 65 000 cycles à 25N. Les joints de grains cassés se trouvent au niveau des interfaces placage résiduel / âme (entourées en pointillés jaune). Taille de voxel $0.7\mu\text{m}$

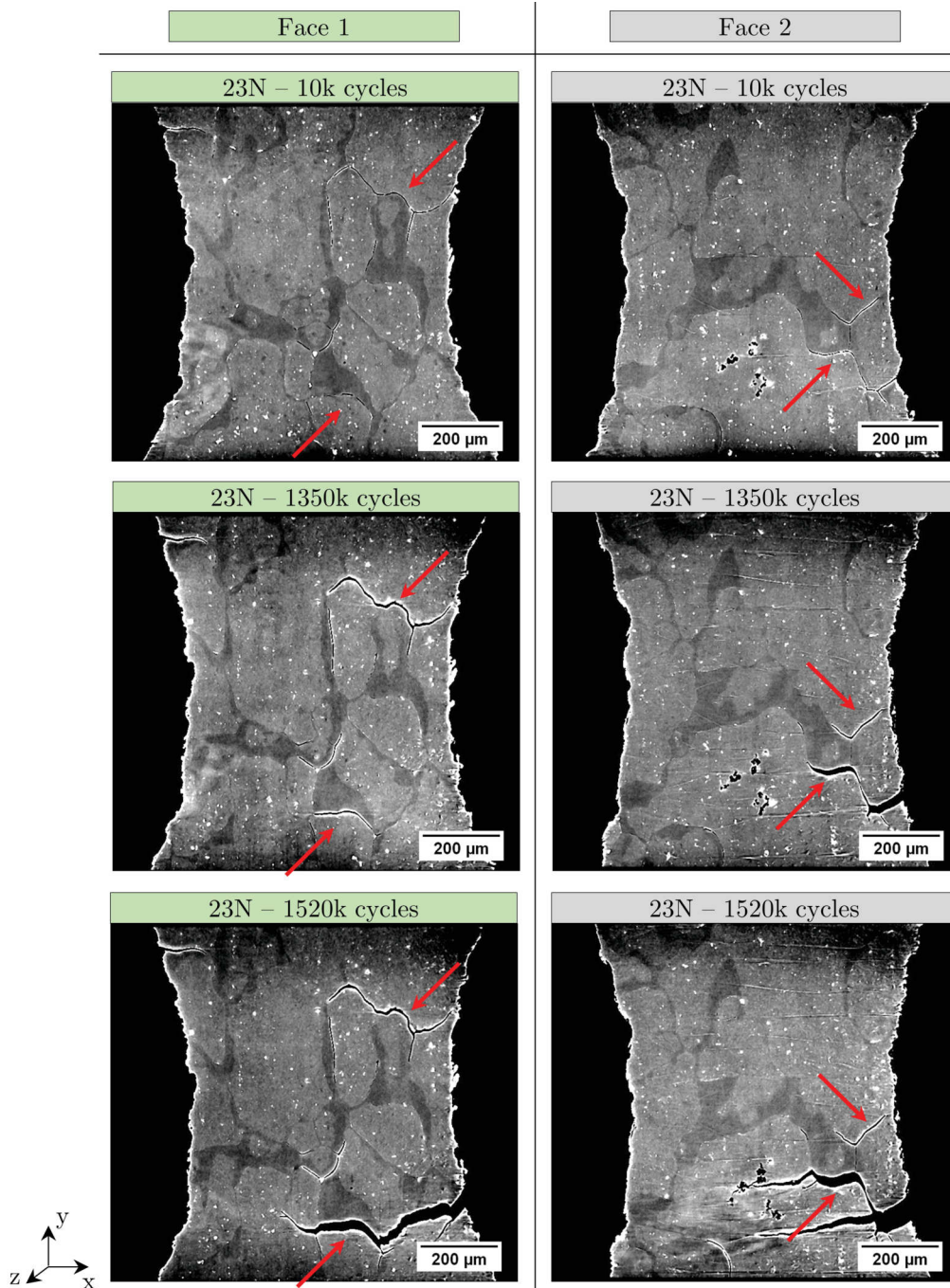


FIGURE 3.34 – Coupes reconstruites après différents nombres de cycles sous chacune des deux faces de l'éprouvette ESRF-Std-NP-02. Les ruptures se produisent au niveau des interfaces placage résiduel / âme. Taille de voxel $0.7\mu\text{m}$

(figure 3.35.c), avant qu'une fissure ne commence à se propager (entourée en rouge), ce qui correspond, par ailleurs, à ce qui a été observé en surface. A noter également l'orientation à 45° de la fissure avant rupture (figure 3.35.e)

Les mêmes constatations peuvent être tirées des coupes réalisées perpendiculairement à l'axe de sollicitation et présentées figure 3.36.a-e. La rupture intergranulaire présente dès l'état initial (figure 3.36.a), se trouve à l'interface entre le placage résiduel et l'âme (entouré en jaune). En revanche, dans ce plan on constate une quasi-décohésion du grain situé à la surface de l'échantillon. Ainsi, la forme caractéristique des fissures initiales en "virgule" rend l'amorçage et la propagation d'une fissure difficile, ce qui pourrait expliquer, malgré la profondeur de la rupture intergranulaire, le "temps d'incubation" nécessaire avant qu'une fissure ne commence à se propager (3.35.c et 3.36.c).

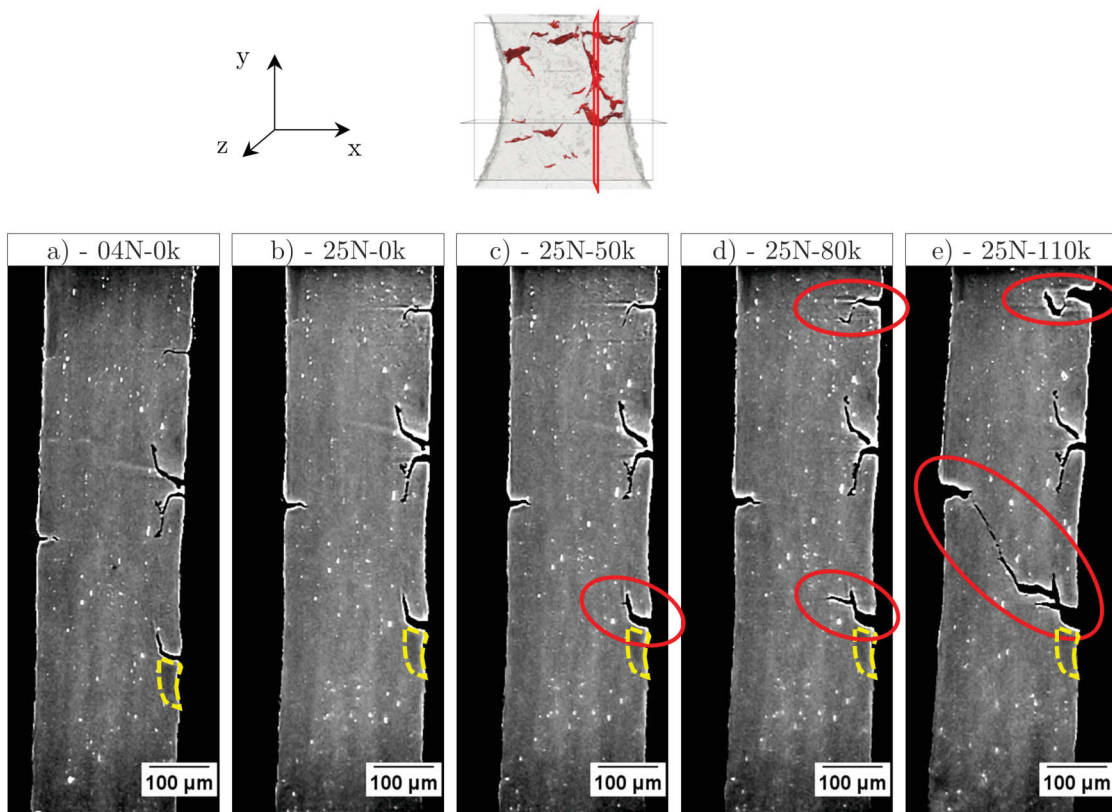


FIGURE 3.35 – Coupes reconstruites dans le plan YZ de l'éprouvette ESRF-Std-NP-01 après - a) 0 cycle à 4N, b) 0 cycle à 25N c) 50 000 cycles à 25N, d) 80 000 cycles à 25 N et e) 110 000 cycles à 25N, montrant la bifurcation de la rupture initiale suivant l'axe de sollicitation puis l'amorçage de fissures à partir de ces défauts (entourés en rouge). Taille de voxel 0.7µm

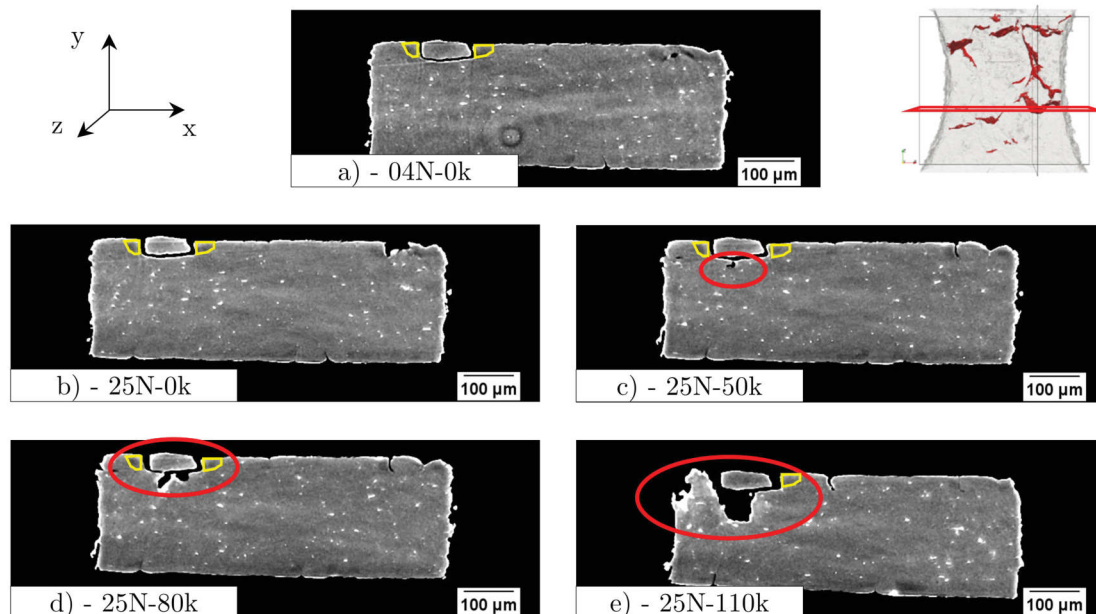


FIGURE 3.36 – Coupes reconstruites dans le plan XZ de l'éprouvette ESRF-Std-NP-01 après - a) 0 cycle à 4N, b) 0 cycle à 25N, c) 50 000 cycles à 25N, d) 80 000 cycles à 25 N et e) 110 000 cycles à 25N, montrant la dé-cohésion d'un grain puis l'amorçage et la propagation d'une fissure. Taille de voxel $0.7\mu\text{m}$

3.4 Synthèse sur les mécanismes d'endommagement

Les paragraphes précédents ont révélé le rôle clé du placage 4045 sur l'endommagement en fatigue de la matière Std. Le suivi optique de la fissuration, l'étude des faciès de rupture, ainsi que les données issues de la tomographie X permettent de proposer un scénario pour le développement de l'endommagement à température ambiante en lien avec la microstructure décrite en début de chapitre. Celui-ci peut se résumer selon les étapes suivantes (voir aussi le schéma de la figure 3.37).

- Après brasage, la microstructure de la matière Std n'est pas homogène : en plus de former un film à la surface (environ $5-10\mu\text{m}$ d'épaisseur), le placage résiduel, plus dur que l'âme, diffuse dans le 3916 au niveau des joints de grains (figure 3.37.a) sur une profondeur d'environ $30\mu\text{m}$.
- Lors du premier cycle, la matière est déformée et des joints de grains situés à la surface sont rompus. Ces ruptures, probablement dues à des incompatibilités de déformations, interviennent dans le joint de grain au niveau de l'interface entre le placage résiduel et l'âme et sont déviées, parallèlement à la direction de sollicitation, par la seconde couche de grains donnant une forme caractéristique en "virgule" à cette rupture intergranulaire (figure 3.37.b).
- A partir de ces ruptures (pouvant représenter jusqu'à 30% de l'épaisseur) plusieurs fissures de fatigue s'amorcent, témoignant de la sensibilité de la matière Std à la multi-fissuration, et ce, après environ 50% de la durée de vie de l'éprouvette. Ce temps d'amorçage, re-

lativement long compte tenu de l'importance des ruptures intergranulaires et des forts niveaux de chargements, pourrait être expliqué par la forme en "virgule" qui atténue l'effet d'entaille perpendiculairement à la direction du chargement (figure 3.37.c).

- La propagation stable de la fissure se fait ensuite de façon intragranulaire, avec de légères déviations au niveau des joints de grains traversés (figure 3.37.d), tout d'abord dans l'épaisseur de l'éprouvette puis dans sa largeur jusqu'à ce que la réduction de section soit telle que la limite à rupture est atteinte entraînant une rupture brutale de type "flat to slant" (à 45° par rapport à l'axe de sollicitation).

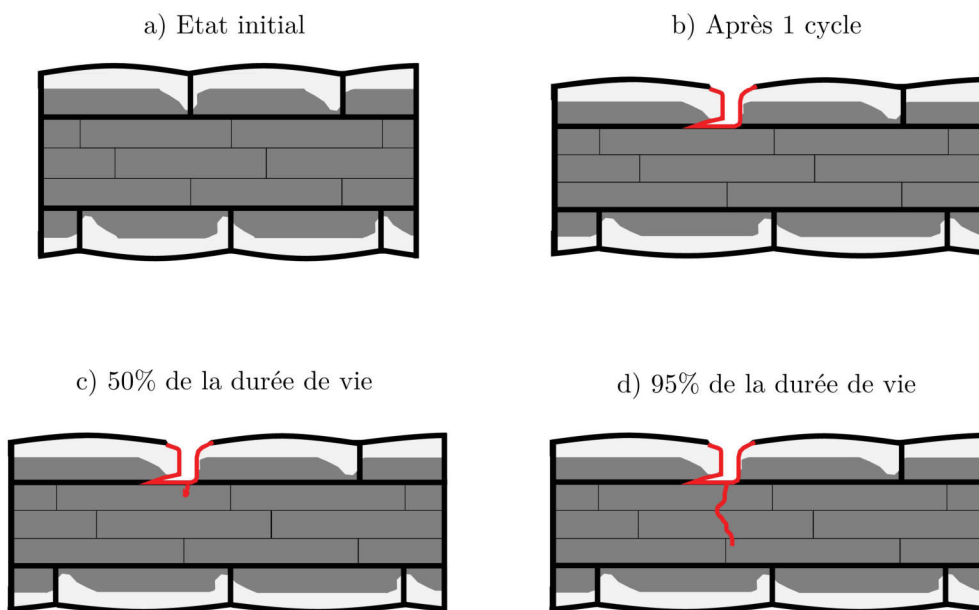


FIGURE 3.37 – Schéma représentant les mécanismes d'endommagement observés à température ambiante sur la matière Std après brasage - a) microstructure à l'état initial après brasage, le placage résiduel a diffusé au niveau des joints de grains, b) lors du premier cycle, rupture des joints de grains à l'interface entre l'âme et le placage résiduel, la fissure est alors déviée par la seconde couche de grain parallèlement à l'axe de sollicitation, c) après environ 50% de la durée de vie en fatigue, une fissure amorce et commence à se propager de façon transgranulaire et d) la propagation continue durant les 50 derniers pourcents de la durée de vie de façon transgranulaire avec de légères déviations au niveau des joints de grains

Chapitre 4

Influence de la structure des sandwichs et de la température sur les mécanismes d'endommagement en fatigue

Le chapitre précédent a montré le rôle central que joue, sur les phénomènes d'endommagement en fatigue de la matière Std, le placage résiduel. Afin d'établir l'impact de ce dernier sur la durée de vie et sur les mécanismes d'endommagement, la première partie de ce chapitre s'attache à décrire les mécanismes à l'œuvre sur la matière UC (non plaquée). Après une rapide caractérisation de sa microstructure et de ses propriétés mécaniques, les mécanismes d'endommagement ont été étudiés suivant les techniques développées au chapitre 3. L'effet de l'ajout d'une couche intermédiaire, entre l'âme et le placage en 4045 (matière MC) fera l'objet de la seconde partie de ce chapitre. Enfin l'impact de la température sur l'endommagement, identifié à température ambiante pour les matières Std et MC, sera évalué à -30°C et 120°C , températures extrêmes pouvant être rencontrées sur un radiateur automobile.

Sommaire

4.1	Influence du placage résiduel : Comparaison avec la matière non plaquée "UC"	119
4.1.1	Caractérisation de la microstructure à l'état initial	119
4.1.2	Propriétés mécaniques et comparaison avec la matière Std	121
4.1.3	Mécanismes d'endommagement	125
4.1.4	Synthèse	135
4.2	Ajout d'un intercouche : cas de la matière "MC"	138
4.2.1	Caractérisation de la microstructure à l'état initial	140
4.2.2	Propriétés mécaniques et comparaison avec la matière Std	145
4.2.3	Mécanisme d'endommagement	148
4.2.4	Synthèse	153
4.3	Influence de la température sur les mécanismes d'endommagement . .	156
4.3.1	Caractérisation des propriétés mécaniques en fonction de la température . .	158
4.3.2	Mécanismes d'endommagement à 120°C et -30°C	160

4.3.3 Synthèse	164
4.4 Bilan	165

4.1 Influence du placage résiduel : Comparaison avec la matière non plaquée "UC"

Afin de cerner l'influence du placage, une matière non plaquée (UC) a été utilisée. La matière UC étant livrée à l'état H24 il est nécessaire d'effectuer un traitement thermique similaire à un brasage afin d'obtenir une microstructure et des propriétés mécaniques représentatives d'une matière brasée. De plus, étant donné que la matière UC ne présente pas de placage 4045, ses caractéristiques en termes de microstructure et de composition chimique post-brasage sont susceptibles d'être différentes de la matière Std. Il convient donc, dans un premier temps, de réaliser une étude microstructurale complète de la matière UC. A noter que, dans la suite de ce travail, le nom de matière "UC" renverra vers la matière UC non plaquée brasée.

4.1.1 Caractérisation de la microstructure à l'état initial

4.1.1.1 Etat de surface et microstructure de la matière UC avant et après brasage

L'état de surface de la matière UC est donné figure 4.1. Contrairement à la matière Std, la différence d'aspect avant (figures 4.1.a et 4.1.b) et après brasage (figures 4.1.c et 4.1.d) est modérée. Du fait de l'absence de placage aucune fusion ne se produit lors du brasage. La surface n'est que peu modifiée par la recristallisation des grains, les stries de laminage restent visibles et les "vallées" présentes à la surface de la matière Std sont absentes (voir par exemple figure 3.1 pour une comparaison).

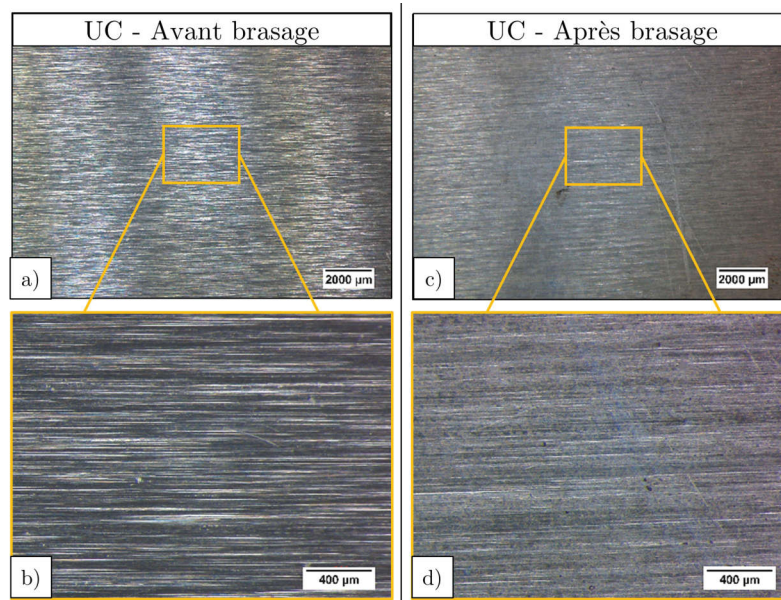


FIGURE 4.1 – Micrographies optiques donnant l'état de surface des grandes faces de la matière UC avant brasage a) vue générale b) agrandissement - et après brasage c) vue générale et d) agrandissement

Les changements microstructuraux de la matière UC, liés au brasage des éprouvettes, sont

illustrés après attaque au réactif de Keller (figure 4.2.a et .b) et oxydation anodique (figure 4.2.c et.d). L'observation de ces micrographies donne lieu aux constatations suivantes :

- L'épaisseur des éprouvettes reste inchangée après brasage et est de l'ordre de $290 \pm 10 \mu\text{m}$.
- Les grains initialement allongés recristallisent tout en conservant une forme en "pancakes". La microstructure du 3916 non plaquée est similaire à celle observée pour la matière Std avec un nombre de grains dans l'épaisseur inférieur à 10. De plus, les grains situés à la surface semblent être de taille similaire à ceux situés dans l'épaisseur contrairement à la matière Std.

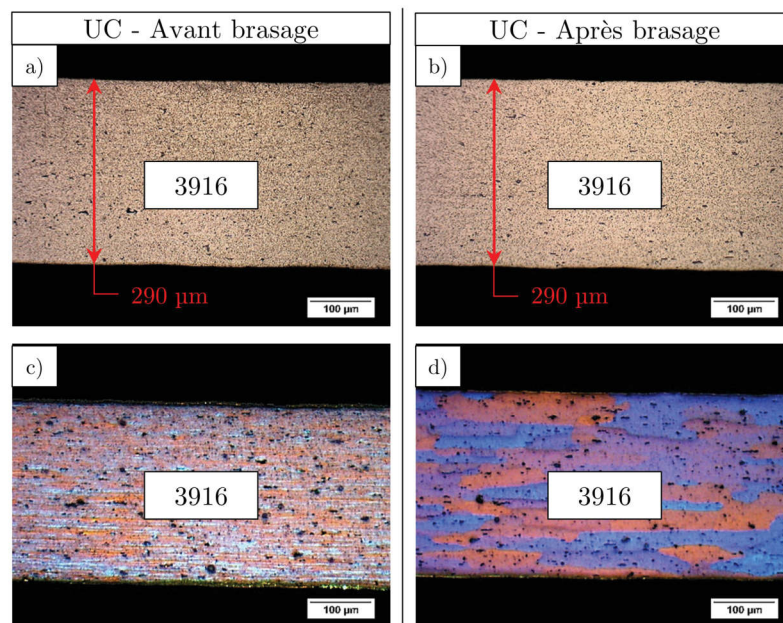


FIGURE 4.2 – Micrographies optiques de la matière UC vue en coupe, perpendiculairement au sens de laminage, avant brasage a) attaque au réactif de Keller et c) oxydation anodique - et après brasage b) attaque au réactif de Keller et d) oxydation anodique

4.1.1.2 Diffusion et analyse chimique

La composition chimique de la matière UC a été déterminée, après brasage, par EPMA. Des cartographies ont été réalisées en coupe suivant l'épaisseur (voir figure 4.3). La matière UC ne présentant pas de placage, sa composition est plus homogène que celle de la matière Std comme le montre les cartographies correspondant au Cu, Mn, Si et Fe données respectivement figure 4.3.b-e.

- Contrairement à la matière Std, le **cuivre** ne diffuse pas vers la surface et reste réparti de façon homogène dans l'épaisseur de la matière UC avec une concentration massique de l'ordre de 0.7%
- Le **manganèse**, le **silicium** et le **fer** sont également répartis de façon homogène dans l'âme avec des concentrations respectives d'environ 1.3, 0.2 et 0.09 %m soit les concentrations

attendues pour un alliage de type 3916 (voir tableau 2.1). A noter que ces éléments se retrouvent également dans de nombreux précipités de type $\alpha - Al(Mn, Fe)Si$.

4.1.2 Propriétés mécaniques et comparaison avec la matière Std

4.1.2.1 Propriétés mécaniques monotones

Les courbes de tractions obtenues sur 5 éprouvettes à température ambiante sur la matière UC ont été comparées aux résultats obtenus pour 5 éprouvettes de la matière Std¹ (figure 4.4). Il s'agit des courbes de traction conventionnelles ne tenant pas compte de la striction au cours de l'essai.

Il apparaît que les matières UC et Std présentent les mêmes propriétés mécaniques, les courbes de tractions se superposent quasi parfaitement (voir également le tableau 4.1). Ainsi, le placage résiduel ne semble pas avoir d'impact sur les propriétés en traction monotone de la matière Std comparée à la matière UC. Étant donné que l'âme en 3916 de la matière Std représente près de 94% de l'épaisseur après brasage, c'est ce dernier qui semble conférer ses propriétés mécaniques à l'ensemble. En effectuant une loi des mélanges et en considérant, en première approximation, que le placage résiduel ait les propriétés mécaniques du 4045 avant brasage (contrainte à rupture 131MPa), la contrainte à rupture de la matière Std pour un allongement de 20% est alors de 145MPa soit quasiment la valeur mesurée (147MPa).

Matière	R_m (MPa)	$R_{p0.2}$ (MPa)	A (%)	E (GPa)	ν
UC	146 (\pm 0.9)	50 (\pm 1.2)	20.1 (\pm 0.5)	70	0.33
Std	147 (\pm 0.8)	51 (\pm 1)	20.7 (\pm 1.2)	70	0.33

TABLE 4.1 – Propriétés mécaniques des matières UC et Std après brasage, avec $R_{p0.2}$ la limite d'élasticité conventionnelle à 0.2% de déformation plastique, R_m la contrainte maximale à rupture et A(%) l'allongement à rupture. Le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν proviennent de la littérature [BUT 12]. L'écart-type est donné entre parenthèses

4.1.2.2 Comportement en fatigue

Des essais de fatigue ont été réalisés sur la matière UC et comparés aux résultats obtenus pour la matière Std (figure 4.5). Sur ce graphique, donnant la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles, les essais issus respectivement des matières UC non polies, UC polie et Std non polies sont donnés par les points en orange, marron et vert. A noter que les points affublés d'une flèche correspondent aux essais non rompus.

Comme pour la matière Std, les essais de fatigue sont réalisés à très forte contrainte (proche du R_m) et il a été impossible de rendre compte du domaine oligocyclique. Les éprouvettes cassent soit immédiatement, soit après 300 000 cycles à forte charge (99% du R_m). En revanche,

1. Ces résultats sont issus d'éprouvettes brasées en même temps que la matière UC afin de minimiser la dispersion due au brasage

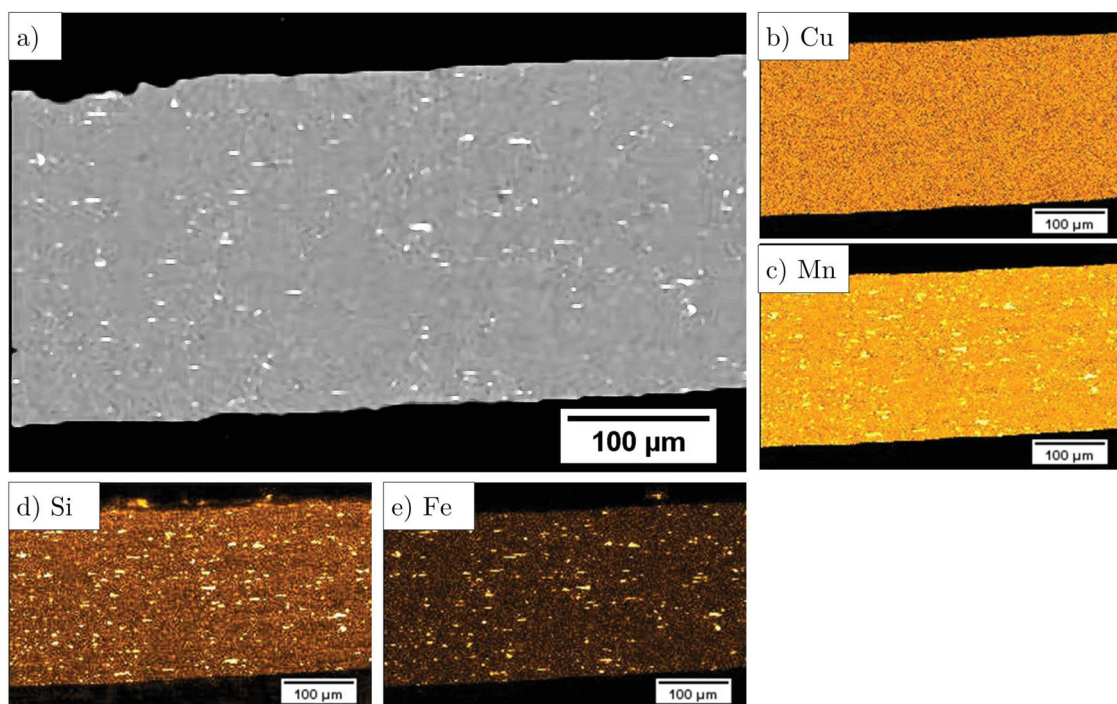


FIGURE 4.3 – Cartographies EPMA réalisées dans l'épaisseur de la matière UC. a) Micrographie MEB de la zone analysée, b) cartographie du cuivre, c) cartographie du manganèse, d) cartographie du silicium et e) cartographie du fer

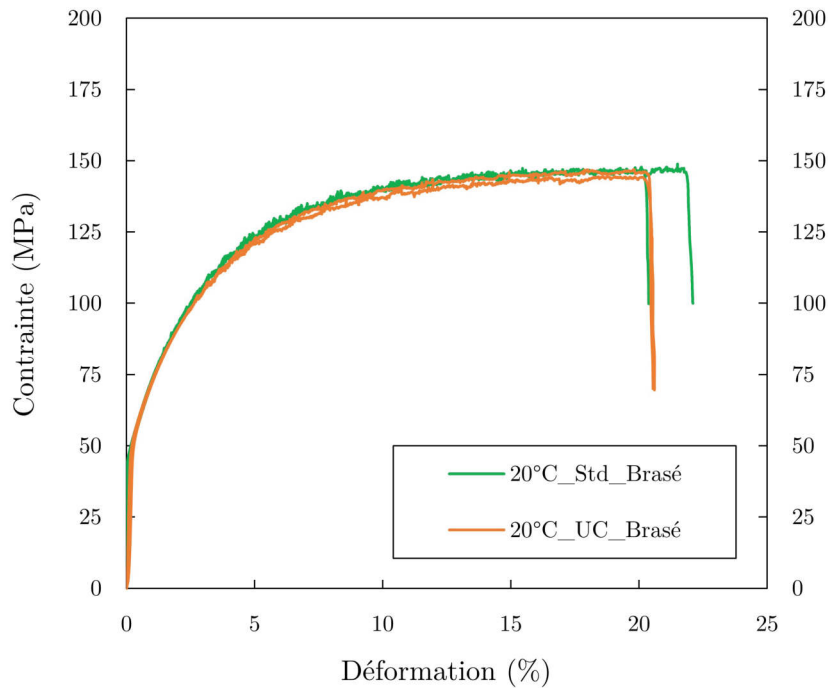


FIGURE 4.4 – Courbes de traction conventionnelles de la matière UC (en orange) et de la matière Std (en vert) après brasage

et contrairement à ce qui a pu être observé en traction monotone, les essais cycliques montrent une nette différence entre les matières Std et UC ; cette dernière possède de meilleures propriétés en fatigue que la matière Std. Ainsi, pour une contrainte équivalente à 99% du Rm (soit environ 145MPa) la matière UC peut endurer 300 000 cycles contre environ 100 000 cycles pour la matière Std. De plus, la courbe de fatigue de la matière UC présente une pente plus faible que celle de la matière Std. Cette différence s'accroît donc à plus faible contrainte. Ainsi les limites de fatigue des matières UC et Std à 1 000 000 de cycles sont respectivement de 140MPa (soit 90% du Rm) et 120MPa (soit 80% du Rm).

L'absence de placage améliore grandement les propriétés de tenue en fatigue de la matière UC comparées à la matière Std. Afin d'en déterminer la cause, les mécanismes d'endommagement de la matière UC ont été étudiés suivant la méthodologie mise en place pour la matière Std et présentée au chapitre précédent. Des éprouvettes de matière UC ont donc été polies et observées par microscopie optique de manière ex-situ au cours d'essais de fatigue. Ces éprouvettes ont été préalablement testées et ont montré, comme pour la matière Std, que le polissage superficiel permettant une observation optique des surfaces n'affecte que très peu la durée de vie et le comportement en fatigue des éprouvettes (figure 4.5).

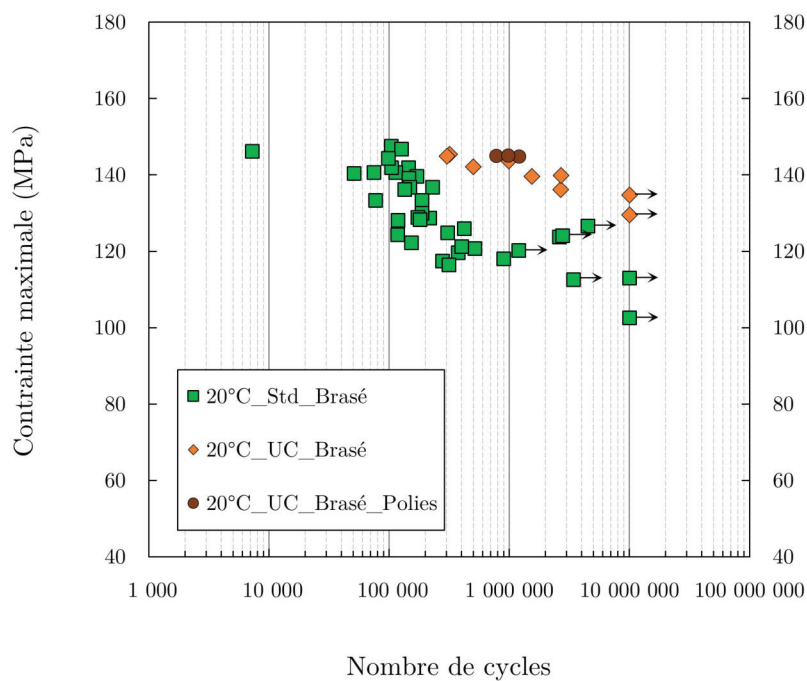


FIGURE 4.5 – Courbes de fatigue à température ambiante donnant la contrainte maximale (en MPa) en fonction du nombre de cycles à rupture pour les matières : UC-non-polies (en orange), UC-polies (en marron) et Std-non-polies (en vert). Les points avec les flèches représentent les éprouvettes non rompues ($R=0.1$, $\Delta\sigma = cte$, température ambiante et $f=10\text{Hz}$)

4.1.3 Mécanismes d'endommagement

Les paragraphes suivants présentent, dans un premier temps, les étapes d'amorçage et de propagation des fissures, puis, dans un second temps, la relation de l'endommagement observé avec la microstructure de la matière UC. Enfin, l'étude des essais *in-situ* réalisés en tomographie synchrotron viendra compléter ces résultats. Les mécanismes d'endommagement de la matière UC seront ainsi systématiquement mis en regard de ceux observés pour la matière Std.

4.1.3.1 Amorçage et propagation avec suivi optique des fissures

Les résultats présentés dans ce paragraphe proviennent des essais de fatigue réalisés sur différentes éprouvettes dont les caractéristiques et paramètres d'essais sont donnés dans le tableau 4.2. Les résultats obtenus étant reproductibles d'un échantillon à l'autre, les mécanismes observés seront illustrés à partir des échantillons les plus marquants. Par ailleurs, tous les essais ont été réalisés jusqu'à rupture et les fissures ayant fait l'objet d'un suivi optique comptabilisées. La nomenclature suivante a été utilisée : **UC-P-x** avec **UC** le nom de la matière, **P** ou **NP** selon que l'éprouvette soit **Polie** ou **Non Polie** et **x** le numéro de l'essai.

Nom	Charge (MPa)	Σ_R	Nb de cycles	Fissures suivies	Analyses
UC-P-01	145	0.99	1 206 000	2	suivi optique, fractographie, tomographie, EBSD
UC-P-02	145	0.99	981 180	1	suivi optique, fractographie
UC-NP-01	136	0.93	2 683 347	0	fractographie

TABLE 4.2 – Conditions expérimentales des essais de fatigue sur la matière UC brasé et détail des analyses réalisées

L'évolution de l'état de surface de la matière UC entre l'état initial et après le premier cycle en fatigue est donnée par la figure 4.6.a-b² ; elle est, pour rappel, comparée à l'évolution de l'état de surface de la matière Std (figure 4.6.c-d).

Comme pour la matière Std, une forte déformation plastique est observée à la surface de l'éprouvette dès le premier cycle. De nombreuses bandes de glissement apparaissent et la surface est plus ondulée. En revanche, et contrairement à la matière Std (figure 4.6.d) la surface apparaît moins rugueuse et surtout très peu de joint de grains semble cassé. Ce dernier point pourrait contribuer à expliquer les différences de comportement cyclique observées entre les deux matières.

Néanmoins, l'observation approfondie de la surface des éprouvettes UC-P-01 et UC-P-02 après le premier cycle en fatigue révèle la présence, en très faible quantité, de défauts (absents à l'état initial), similaires aux ruptures intergranulaires observées sur la matière Std. Le défaut

2. La tâche noire présente en bas à droite ainsi que les autres traits noirs de cette micrographie sont des défauts liés au polissage tout comme les quelques rayures encore visibles

présenté figure 4.7, issu de l'éprouvette UC-P-01, a une longueur de l'ordre de $50\mu\text{m}$ contre environ $100\mu\text{m}$ pour ceux observés sur la matière Std (voir également figure 3.22).

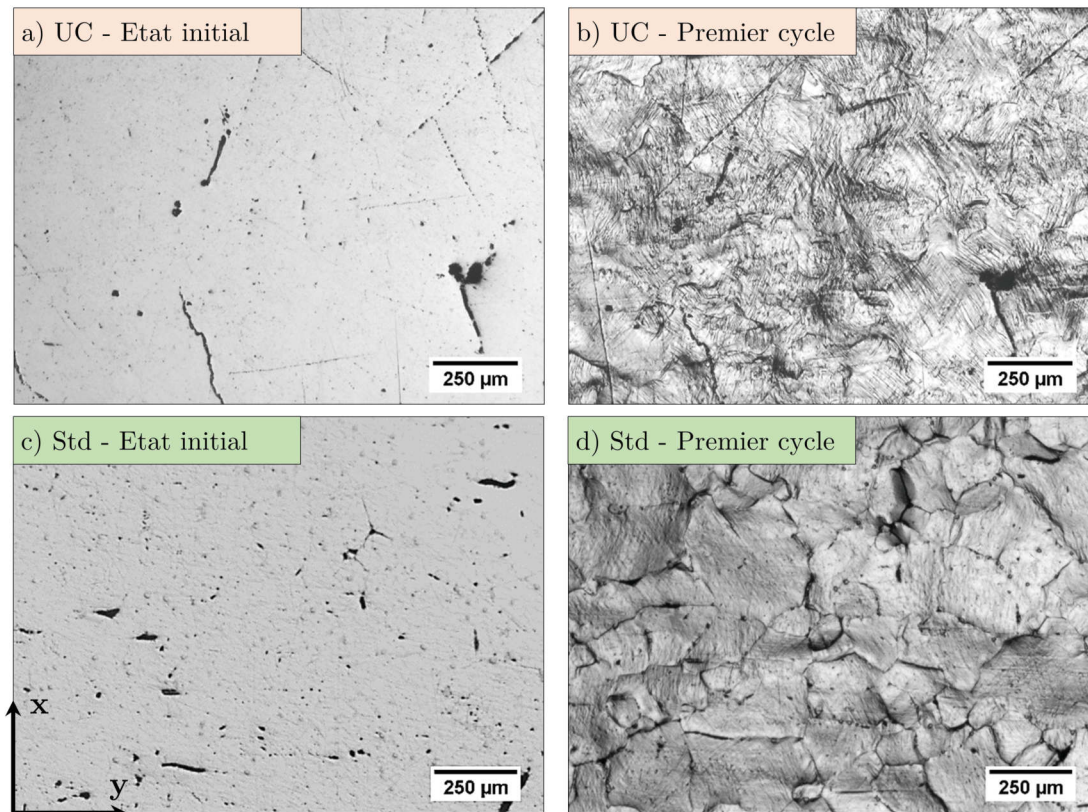


FIGURE 4.6 – Micrographies optiques comparant l'état de surface d'une même zone avant et après le premier cycle de fatigue pour les matières UC et Std à température ambiante a) éprouvette UC-P-01 à l'état initial, b) éprouvette UC-P-01 après le premier cycle de fatigue ($\Sigma_R = 0.99$), c) éprouvette Std-P-02 à l'état initial et d) éprouvette Std-P-02 après le premier cycle de fatigue ($\Sigma_R = 0.88$). Le chargement est effectué selon l'axe y. Dans les 2 cas la surface est polie avant essai

Ces quelques défauts, apparaissant dès le premier cycle sur les faces, pourrait indiquer, tout comme pour la matière Std, que la fissure ait amorcée dès le début de la sollicitation. Ces défauts ont donc fait l'objet d'un suivi optique approfondi.

L'un de ces défauts situé sur le bord (à la jonction entre la face et la tranche) de l'éprouvette UC-P-02, a été observé au cours d'un essai de fatigue. De part sa localisation particulière, celui-ci a pu être suivi à la fois depuis la face de l'éprouvette (figure 4.8) et depuis la tranche de celle-ci (figure 4.9). Sur ces figures, une vue schématique est systématiquement donnée en vis à vis des micrographies optiques afin de pouvoir visualiser le site d'amorçage (en vert) et la propagation de la fissure (en rouge). L'observation des figures 4.8 et figure 4.9 donne lieu aux constatations suivantes :

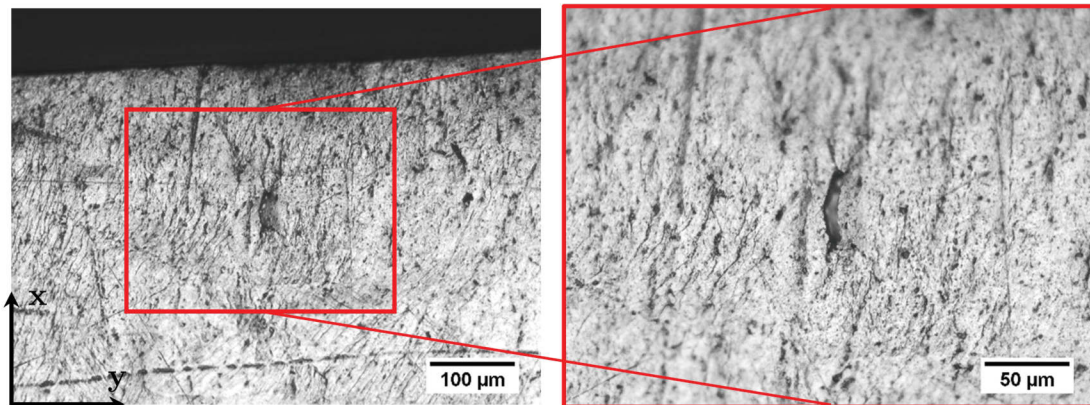


FIGURE 4.7 – Micrographies optiques montrant le type de défaut observé sur les faces des éprouvettes polies de la matière UC après le premier cycle (micrographies optique issues de l'éprouvette UC-P-01). Le chargement est effectué selon l'axe y

- La forte déformation plastique engendrée par le premier cycle est clairement visible sur la tranche de l'éprouvette. Celle-ci se traduit par la présence en grande quantité de bandes de glissement permanentes ainsi que par la révélation des grains probablement due à leurs rotations.
- Durant au moins 350 000 cycles aucune propagation n'a pu être observée, que ce soit sur la tranche ou sur la face de l'éprouvette.
- Les premiers stades de la propagation de la fissure sont observés sur la tranche de l'éprouvette après 450 000 cycles (la micrographie optique sur la face n'a pas été effectuée à ce nombre de cycles). La fissure, très peu ouverte est difficilement détectable en microscopie optique.
- La propagation stable de la fissure se poursuit entre le 450 000^{ème} cycle et au moins le 800 000^{ème} cycle. La rupture finale intervenant après 981 000 cycles, la propagation de la fissure représente environ 54% de la durée de vie de l'éprouvette.

Il est important de noter que l'observation de la propagation de la fissure a été réalisée *a posteriori*. En effet, devant la finesse de la fissure celle-ci n'a été détectée qu'après post-traitement des micrographies optiques d'où leur relative "mauvaise qualité". Néanmoins, ce suivi a permis de montrer que les défauts observés après le premier cycle sont bien des sites d'amorçage, les autres éprouvettes étudiées ayant également donné lieu à ce type d'endommagement.

4.1.3.2 Études des faciès de rupture

Le faciès de rupture de l'éprouvette UC-P-02 est donné figure 4.10. Différentes régions sont observables sur ce faciès. La première donnée figure 4.10.b correspond à la zone d'amorce de la fissure. Celle-ci est située sur le bord inférieur droit entre l'une des faces et l'une des tranches de l'éprouvette comme attendu d'après le suivi optique. Cependant, l'étude de cette zone d'amorce ne nous permet pas de statuer quant au caractère intergranulaire de celle-ci. La propagation stable de la fissure par fatigue se fait depuis ce coin, dans un premier temps dans l'épaisseur de l'éprouvette (figure 4.10.c) puis dans un second temps sur toute la largeur de l'éprouvette (figure

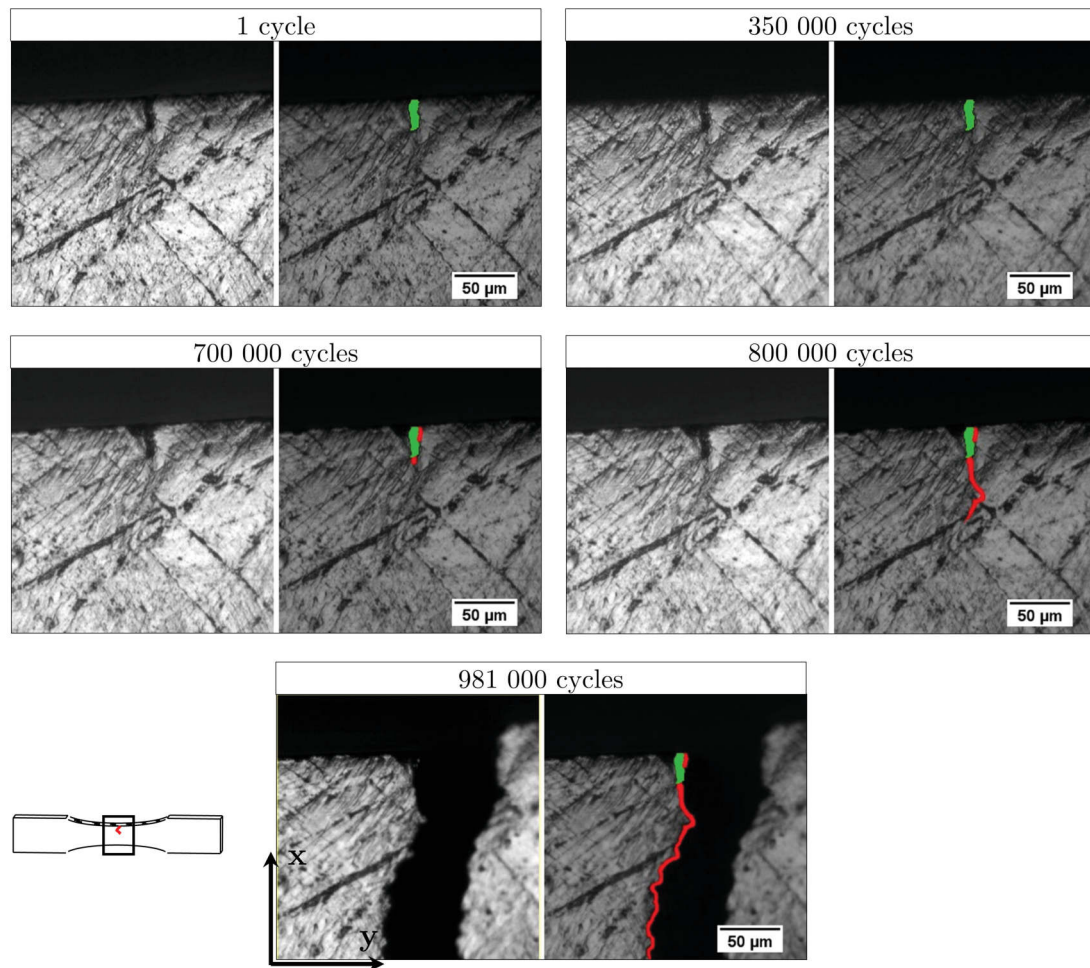


FIGURE 4.8 – Micrographies optiques et représentations schématiques de l'une des faces de l'éprouvette UC-P-02 au cours d'un essai de fatigue à température ambiante. Une amorce (en vert sur la représentation schématique) est observée après un cycle de chargement. La propagation, après un temps d'incubation (estimé entre environ 36 et 71% de la durée de vie à partir des observations faites sur cette face), d'une fissure depuis cette amorce est indiquée en rouge sur les vues schématiques. Le chargement s'effectue suivant l'axe y

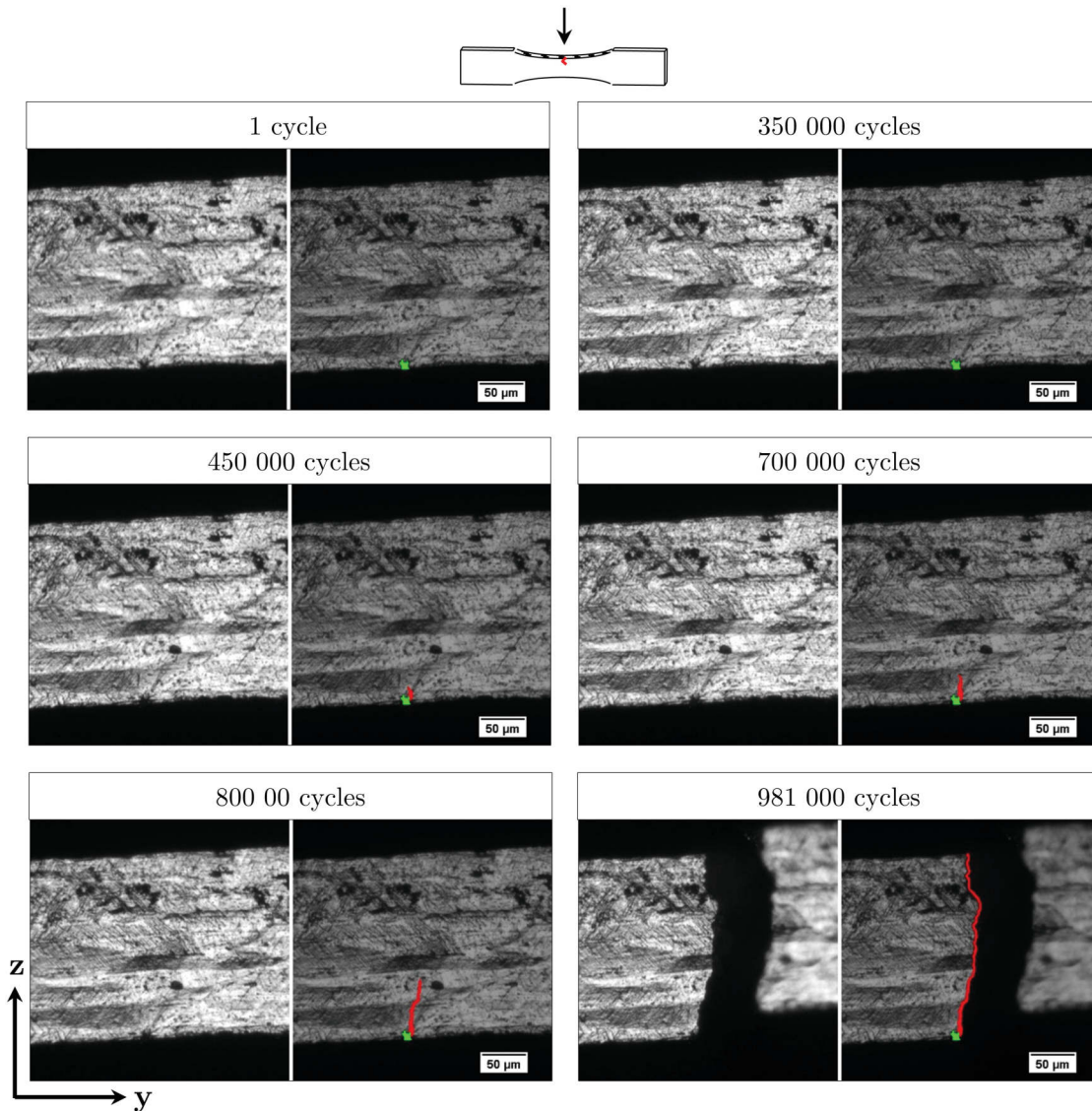


FIGURE 4.9 – Micrographies optiques et représentations schématiques de l'une des tranches de l'éprouvette UC-P-02 au cours d'un essai de fatigue à température ambiante. Une amorce (en vert sur la représentation schématique) est observée après un cycle de chargement. La propagation, après un temps d'incubation (estimé entre environ 36 et 46% de la durée de vie à partir des observations faites sur ce bord), d'une fissure depuis cette amorce est indiquée en rouge sur les vues schématiques. Le chargement s'effectue suivant l'axe y

4.10.d). En revanche, contrairement à la matière Std, l'éprouvette UC-P-02 ne présente pas de zone mixte (présence de cupules et de stries de fatigue) entre la zone de rupture ductile et de propagation stable. Cette différence pourrait s'expliquer par le très haut niveau de chargement appliqué à cette éprouvette ($\Sigma_R = 0.99$).

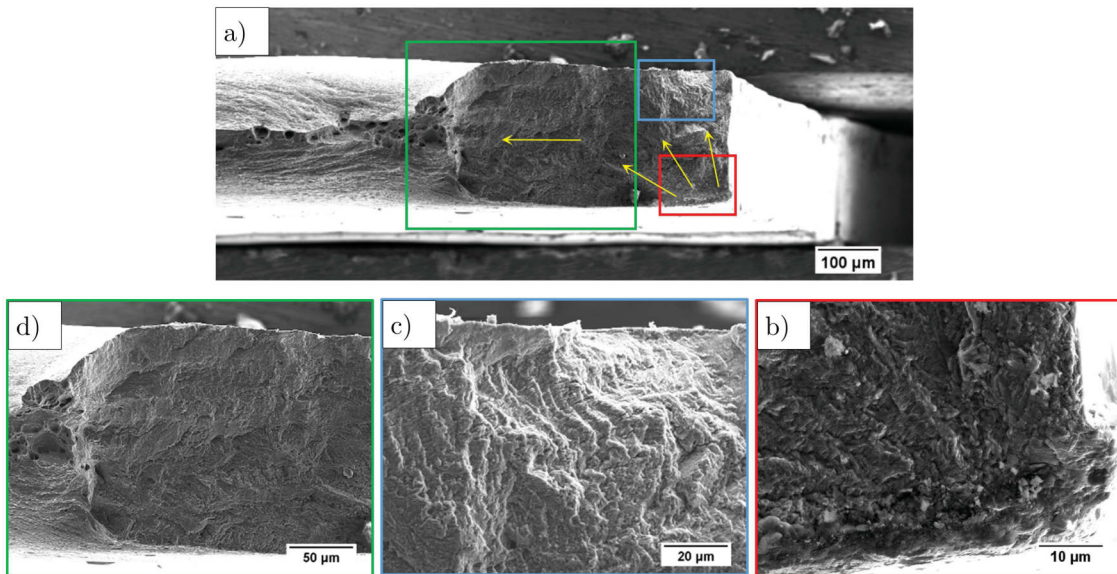


FIGURE 4.10 – Fractographies montrant le faciès de rupture de l'éprouvette UC-P-02. a) Vue générale du faciès, b) zone d'amorçage de la fissure, c) propagation stable de la fissure dans l'épaisseur de l'éprouvette et d) propagation stable dans la largeur et rupture brutale ductile sans transition par une zone mixte. Les flèches jaunes indiquent la direction de propagation

Pour le vérifier, le faciès de rupture de l'éprouvette UC-NP-1, (éprouvette ayant rompu pour le plus faible niveau de chargement appliqué pour cette campagne d'essai avec $\Sigma_R = 0.93$), est donné figure 4.11. Comme pour les autres faciès, différentes régions sont observables. La zone d'amorce, donnée figure 4.11.b, est cette fois bien identifiable. Sur cette micrographie, deux zones peuvent être distinguées, la première située, dans le coin inférieur gauche, est lisse et ressemble fortement aux ruptures intergranulaires observées pour la matière Std (voir figure 3.26) ce qui semble confirmer le caractère intergranulaire de l'amorce. La seconde zone correspond à la propagation stable par fatigue de la fissure dans l'épaisseur de l'éprouvette. Une fois la fissure traversante, celle-ci se propage dans la largeur de l'éprouvette (figure 4.11.c). En revanche, contrairement au faciès de rupture de l'éprouvette UC-P-2 une zone mixte est cette fois observée (figure 4.11.d). L'influence du niveau de chargement sur la présence de la zone mixte a été étudiée par Buteri *et al.* [BUT 12]. L'auteur montre ainsi que la longueur de la zone mixte est d'autant plus courte que la contrainte appliquée est importante; les zones sont soit absentes soit difficiles à observer pour des rapports de charge (entre la contrainte maximale et la limite à rupture) supérieurs ou égaux à 0.9. Ce résultat pourrait expliquer alors l'absence de zone mixte dans le cas de l'éprouvette UC-P-02.

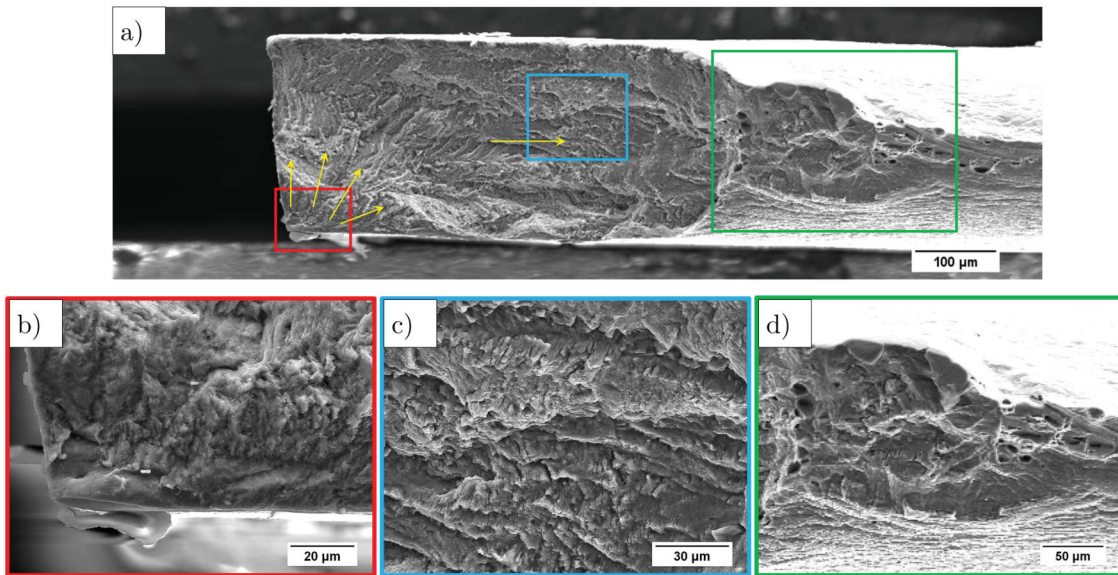


FIGURE 4.11 – Fractographies montrant le faciès de rupture de l'éprouvette UC-NP-1. a) Vue générale du faciès, b) zone d'amorçage de la fissure, c) propagation stable de la fissure dans la largeur de l'éprouvette et d) zone mixte présentant à la fois des cupules et des stries de fatigue situées en amont de la zone de rupture brutale ductile. Les flèches jaunes indiquent la direction de propagation

4.1.3.3 Relation microstructure/ propagation

Comme il ne nous a pas été possible d'interrompre des essais durant la propagation stable des fissures, celles-ci ont été observées *a posteriori*. De plus, la matière UC est beaucoup moins sensible que la matière Std à la multi-fissuration. En effet, le nombre de fissures présentes à la surface des éprouvettes UC après le premier cycle est très faible (de l'ordre de 1 à 2 fissures), ce qui rend également difficile l'observation de fissures secondaires. Néanmoins, les morphologies et les microstructures de deux fissures secondaires présentes à la surface de l'éprouvette UC-P-1 et ayant donné lieu à une propagation ont pu être étudiées.

La morphologie de la fissure secondaire ayant amorcé sur le défaut présenté figure 4.7 a été observée par tomographie de laboratoire et est donnée figure 4.12. La coupe reconstruite suivant le plan XY parallèle à la surface (figure 4.12.a) montre la rupture initiale centrale et la propagation de part et d'autre de l'amorce. En effectuant une coupe suivant le plan YZ (en rouge figure 4.12.b), il apparaît que le défaut a une profondeur de l'ordre de $10\mu\text{m}$ et que la fissure s'est propagée sur une soixantaine de microns de profondeur. Des changements de directions semblent indiquer que la propagation de la fissure est influencée par les joints de grains traversés. La propagation de la fissure autour de ce défaut se voit clairement figure 4.12.c. Cette image est une projection de l'ensemble des coupes contenant la fissure suivant le plan XZ (via la fonction Z-project-MIN du logiciel ImageJ). Les pointillés jaunes séparent la zone de rupture initiale de la zone de propagation (elle-même délimitée par des pointillés violets). La profondeur maximale du défaut est de $25\mu\text{m}$ soit l'ordre de grandeur de la zone d'amorce montrée figure

4.11.b et qui correspond également à l'épaisseur de la première couche de grains (figure 4.2.d). Par ailleurs, la zone de propagation à partir de ce défaut a une forme elliptique comme indiqué par les pointillés violet.

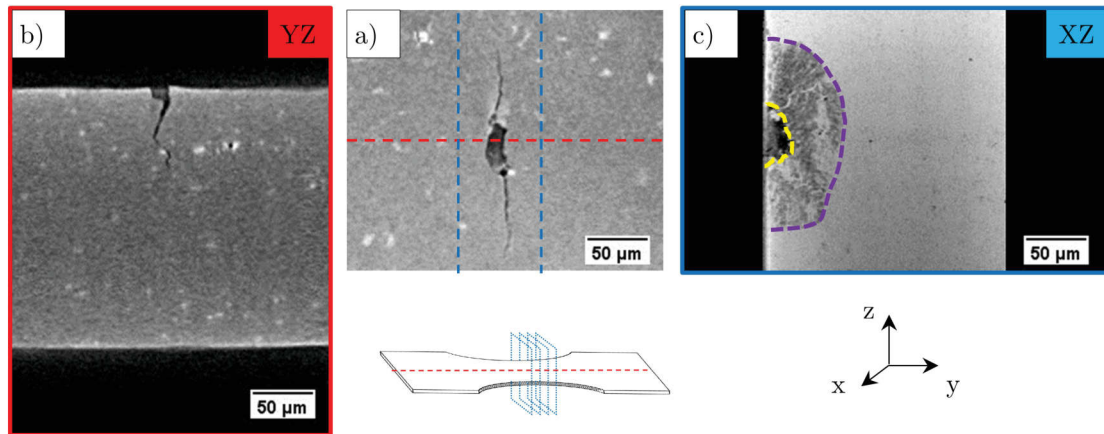


FIGURE 4.12 – Coupes tomographiques donnant la morphologie de l'une des fissures secondaires de l'éprouvette UC-P-01 après 1 206 000 cycles (taille de voxel $1\mu\text{m}$) - a) coupe parallèle à la surface de l'échantillon selon le plan XY, b) coupe perpendiculaire à la surface selon le plan YZ et c) visualisation de la fissure projetée selon le plan XZ via la fonction Z-project-MIN du logiciel ImageJ

Ces observations sont donc très similaires à celles réalisées sur les fissures de la matière Std, (voir paragraphe 3.3.3). Cependant le caractère intergranulaire de la rupture initiale reste à confirmer. Pour cela, la microstructure autour des fissures secondaires de l'éprouvette UC-P-01 est détaillée figure 4.13³. La carte EBSD IPF-Z (figure 4.13.a) a été acquise parallèlement à la surface après que celle-ci ait été préparée par polissage ionique. Il apparaît très clairement que ces fissures sont issues d'une amorce intergranulaire et que la propagation se fait par la suite de façon transgranulaire. Ainsi, les défauts apparaissant lors du premier cycle de chargement sur la matière UC sont bien des ruptures intergranulaires.

Par ailleurs, un agrandissement et une carte de désorientation de la fissure située à droite de la figure 4.13.a ont été réalisés figure 4.13.b et figure 4.13.c. La fissure se situe entre une zone fortement déformée, présentant des bandes de cisaillement, et une zone plus faiblement déformée. Cette observation est confirmée en construisant les figures de pôles inverses des grains adjacents à la fissure (figure 4.13.d). Ainsi le grain vert (101) apparaît faiblement déformé tandis que le grain orangé (001) l'est davantage et semble avoir subi une rotation.

Cette observation, déjà réalisée pour la matière Std (voir paragraphe 3.3.3), pourrait indiquer que l'orientation des grains a une influence sur la rupture des joints (une grande hétérogénéité de déformation pourrait promouvoir la rupture). Ainsi en traçant sous forme d'histogramme la désorientation entre les grains ayant rompu lors du premier cycle pour la matière UC et Std et la

3. la fissure située à gauche de cette carte correspond à celle étudiée par tomographie (figure 4.12)

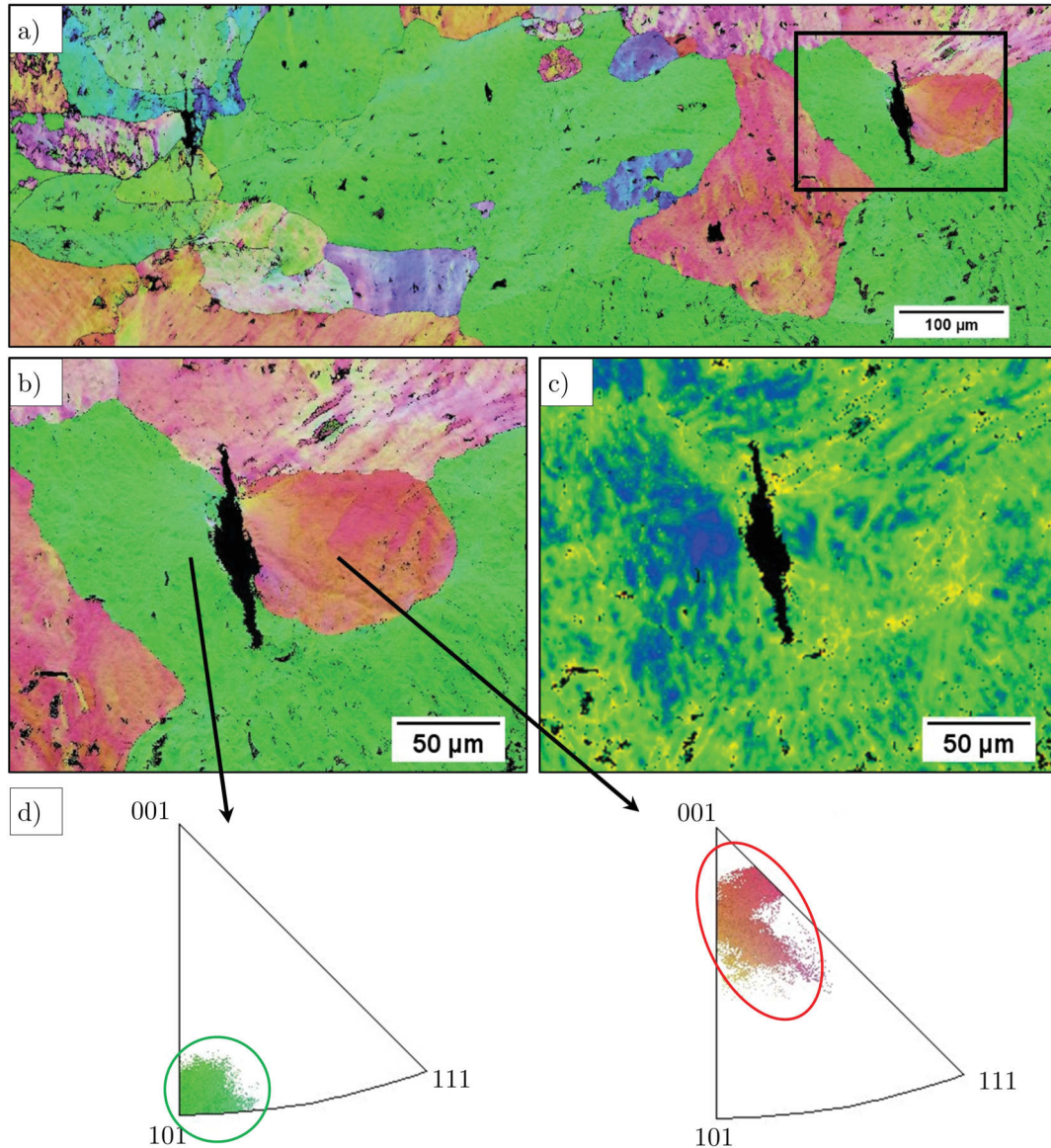


FIGURE 4.13 – a) Carte EBSD IPF-Z (pas $0.5 \mu\text{m}$) réalisée parallèlement à la surface et montrant les deux fissures secondaires de l'éprouvette UC-P-01, b) agrandissement de la carte EBSD IPF-Z centré sur l'une des fissures, c) carte de désorientation (kernel 9×9) montrant que la fissure se situe entre une zone fortement déformée et une zone plus faiblement déformée et d) figures de pôles inverses montrant que le grain vert (101) n'est que peu déformé alors que le grain orangé (001) l'est davantage et a subi une rotation

désorientation moyenne entre deux grains adjacents, il apparaît que les grains ayant donné lieu à une rupture, présentent une désorientation supérieure à 45° comme le montre la figure 4.14. La forte désorientation que présentent certains grains adjacents pourrait alors expliquer pourquoi la matière UC, en l'absence de placage résiduel fragilisant ces joints de grains, amorce également de façon intergranulaire.

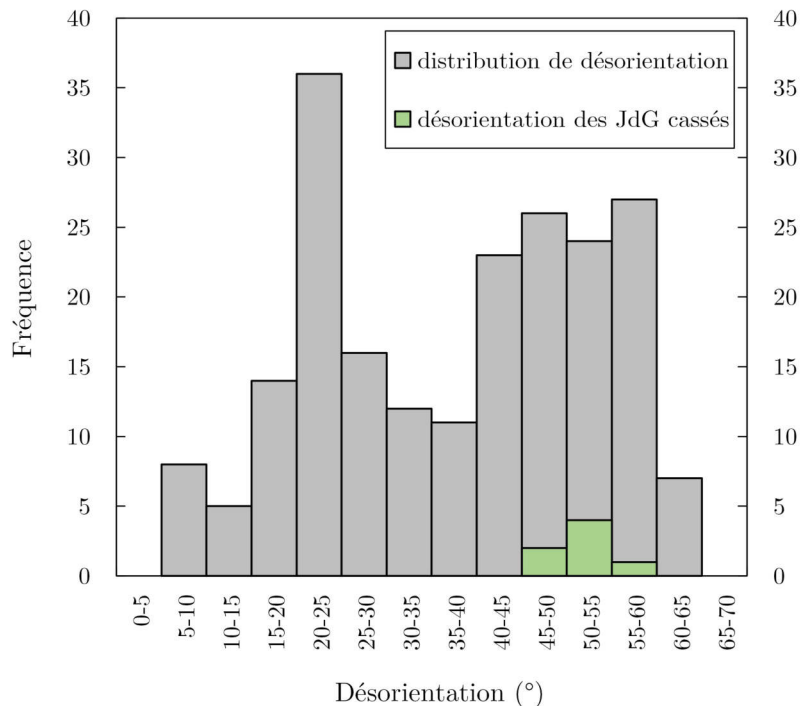


FIGURE 4.14 – Graphique donnant la distribution de désorientation prise aléatoirement entre deux grains adjacents (en gris) et la désorientation entre les grains des matières Std et UC ayant rompu lors du premier cycle (en vert). Les grains présentant une forte désorientation sont plus susceptibles de conduire à une rupture lors du chargement. Analyse réalisée sur 200 grains

4.1.3.4 Caractérisation 3D - Essais de fatigue in-situ

Le mécanisme d'endommagement de la matière UC implique donc une rupture intergranulaire se produisant lors du premier cycle puis la propagation d'une fissure à partir de ce défaut après environ 50% de la durée de vie de l'éprouvette. En ce sens le mécanisme d'endommagement de la matière UC est semblable à celui de la matière Std. Afin de confirmer et compléter ces observations, un essai de fatigue in-situ a été réalisé à l'ESRF dans les mêmes conditions que celles présentées au paragraphe 3.3.4 pour la matière Std. La géométrie de l'éprouvette utilisée pour cet essai est donnée figure 2.13.a. L'essai de fatigue a été réalisé à une force maximale de 45N soit environ 145MPa.

La figure 4.15 donne, à différents stades de la propagation, le contour de l'éprouvette (en gris)

et de la fissure (en rouge) vu selon une direction perpendiculaire à une des faces de l'échantillon et vu selon une direction parallèle à l'axe de chargement. Dès l'état initial (10N, 0 cycle), donné par la figure 4.15.a, une fissure (en rouge) est présente et pourrait s'expliquer par la découpe ou la mise en place de l'éprouvette dans la machine de fatigue⁴. Cette observation rejoint celles réalisées pour la matière Std où avant le premier cycle, des fissures au niveau des joints de grains avaient été observées (figure 3.32). En revanche, dans le cas de la matière UC, une unique fissure est présente à l'état initial.

Lors de l'application de la contrainte maximale de l'essai, soit 145MPa (figure 4.15.b), la fissure s'ouvre d'avantage mais aucun autre défaut n'apparaît. Il faut attendre 210 000 cycles avant de voir une unique fissure commencer à se propager à partir du joint de grain cassé⁵ (figure 4.15.c). Entre 210 000 et 275 000 cycles (figure 4.15.c-f), la fissure se propage dans un premier temps dans l'épaisseur de l'éprouvette puis dans sa largeur comme déjà observé sur les faces. L'essai a été arrêté après 275 000 cycles soit avant la rupture finale de l'éprouvette.

La figure 4.16 présente des coupes reconstruites suivant différents plans montrant le défaut responsable de l'amorçage de la fissure et de sa propagation. Celui-ci, entouré en jaune (figure 4.16.a), est situé proche du bord et mesure $70\mu\text{m}$ de long pour une ouverture maximale de $5\mu\text{m}$. Vue dans l'épaisseur, figure 4.16.b, la fissure apparaît très peu ouverte (environ $3\mu\text{m}$) pour une profondeur de $20\mu\text{m}$ (à 0 cycle et 10N, soit 40MPa)) contre une ouverture d'environ $10\mu\text{m}$ et une profondeur de $30\mu\text{m}$ pour la matière Std (à 0 cycle et 4N soit 24MPa). Par ailleurs, l'amorce est inclinée probablement car elle suit tout d'abord un joint de grain puis elle est déviée par la seconde couche de grains. La rupture est alors inclinée par rapport à l'axe de sollicitation lui donnant une forme de virgule similaire à celle observée pour la matière Std. Cependant cette fissure est moins ouverte et surtout moins profonde que celles observées pour la matière Std, ce qui pourrait contribuer à expliquer, les meilleures propriétés de tenue en fatigue de la matière UC.

L'évolution de cette fissure au cours de l'essai de fatigue est donnée par la figure 4.16.c. Entre l'état initial (10N, 0 cycle) et l'application du chargement maximal de l'essai (45N, 0 cycle) la fissure présente une ouverture plus grande mais n'évolue pas comme le montre la coupe réalisée après 10 000 cycles. Il faut attendre 210 000 cycles pour qu'une fissure amorce et commence à se propager à partir de cette rupture intergranulaire. La propagation se fait perpendiculairement à l'axe de sollicitation et des ramifications sont observées sur la coupe réalisée après 240 000 cycles. Après 275 000 cycles, la fissure est traversante dans l'épaisseur et se propage dans la largeur.

4.1.4 Synthèse

Il a été montré que les matières UC et Std possèdent des propriétés mécaniques monotones identiques, néanmoins, la matière UC présente de bien meilleures propriétés cycliques que la matière Std. Il nous a été possible de proposer un scénario pour le développement de l'endommagement à température ambiante de la matière UC en lien avec la microstructure décrite en

4. Comme pour la matière Std, la petite taille de l'éprouvette, (section utile de 1mm de large et longueur de 14mm), rend sa manipulation difficile

5. Le défaut a été observé continument entre 0 et 210 000 cycles

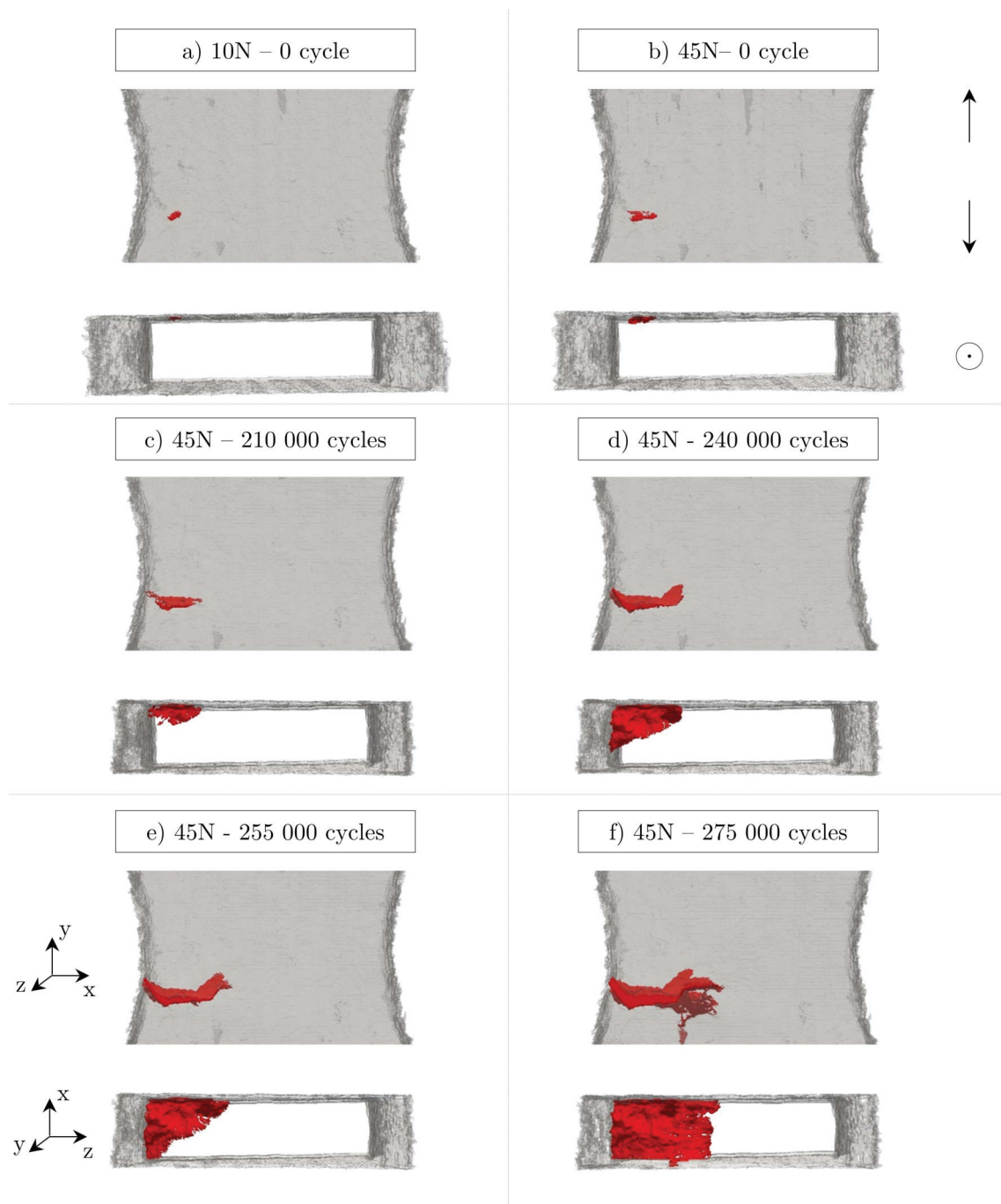


FIGURE 4.15 – Visualisation 3D montrant la propagation d'une fissure (en rouge) vue de face et dans un plan perpendiculaire à l'axe de chargement de l'éprouvette après - a) 0 cycle à 10N, b) 0 cycle à 45N, c) 210 000 cycles à 45N, d) 240 000 cycles à 45N, e) 255 000 cycles à 45N et f) 275 000 cycles à 45N. Taille de voxel $0.7\mu\text{m}$

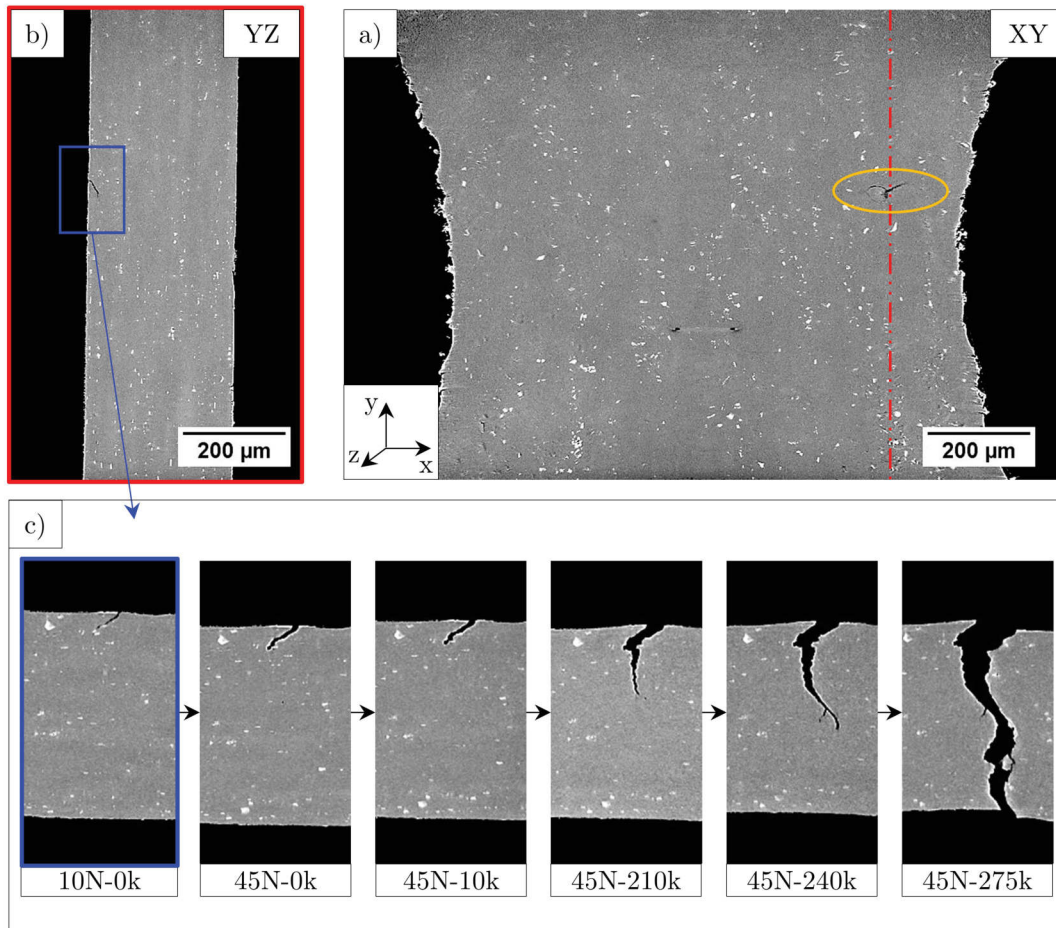


FIGURE 4.16 – Coupes reconstruites montrant le défaut responsable de l'amorçage ainsi que la propagation de la fissure - a) coupe à l'état initial (10N, 0 cycle) suivant le plan XY parallèle à la surface, le défaut est entouré en jaune, b) coupe dans le plan YZ à l'état initial (10N, 0 cycle), la coupe a été réalisée suivant les pointillés rouges et c) coupes dans le plan YZ montrant la propagation de la fissure à partir du défaut au cours de l'essai

début de chapitre. Celui-ci est résumé par le schéma donné figure 4.17.

- Lors du brasage, du fait de l'absence de placage, les éléments chimiques (Cu, Fe, Si, Mn et Ti) sont distribués de façon homogène dans l'épaisseur des tôles. L'état de surface n'est que très peu modifié et les grains situés à la surface ont une épaisseur similaire à ceux se trouvant dans l'épaisseur de la tôle, (figure 4.17.a).
- L'application de la charge maximale de l'essai durant le premier cycle entraîne une forte plastification de la matière, de nombreuses bandes de glissements persistantes (non représentées sur le schéma) sont observées. Néanmoins, ce chargement n'entraîne que très peu de ruptures au niveau des joints de grains. Les quelques ruptures intergranulaires observées, ruptures probablement dues à une incompatibilité de déformation plastique entre 2 grains d'orientation différente, sont peu profondes, faiblement ouvertes et ont une forme de "virgule". En effet, ces fissures sont déviées par la seconde couche de grains et ne sont donc pas orientées en pointe perpendiculairement à l'axe de chargement, réduisant ainsi l'effet d'entaille (figure 4.17.b).
- L'amorçage en fatigue d'une fissure à partir de ces ruptures intergranulaires s'effectue après environ 50% de la durée de vie de l'éprouvette. De plus, les ruptures intergranulaires étant en très faible quantité, la matière UC est très peu sensible à la multi-fissuration (figure 4.17.c).
- la propagation se fait, probablement de façon transgranulaire⁶, dans un premier temps dans l'épaisseur puis dans la largeur de l'éprouvette (figure 4.17.d).

Ainsi, du fait de l'absence de placage résiduel, seuls quelques joints de grains cassent lors du premier cycle. Ces ruptures intergranulaires sont moins profondes et moins nombreuses que celles observées pour la matière Std ce qui réduit la sensibilité de la matière UC à l'amorçage et à la multi-fissuration et contribue à expliquer ses meilleures propriétés de tenue en fatigue. Le rôle clé du placage résiduel dans les mécanismes d'endommagement et de durée de vie des matières étudiées est donc confirmé.

4.2 Ajout d'un intercouche : cas de la matière "MC"

Pour identifier les mécanismes d'endommagement, des tôles présentant une épaisseur de 0,25mm ont été préparées et livrées à l'état H24. Celles-ci ont ensuite été brasées selon le même processus que les matière Std et UC. Dans la suite de ce chapitre, la microstructure et les propriétés mécaniques de la matière MC seront dans un premier temps caractérisées puis, afin d'évaluer l'impact de la couche intermédiaire sur les mécanismes d'endommagement en fatigue, ceux-ci seront étudiés et comparés aux mécanismes identifiés pour la matière Std.

6. En se basant sur les observation réalisées en surface figure 4.13

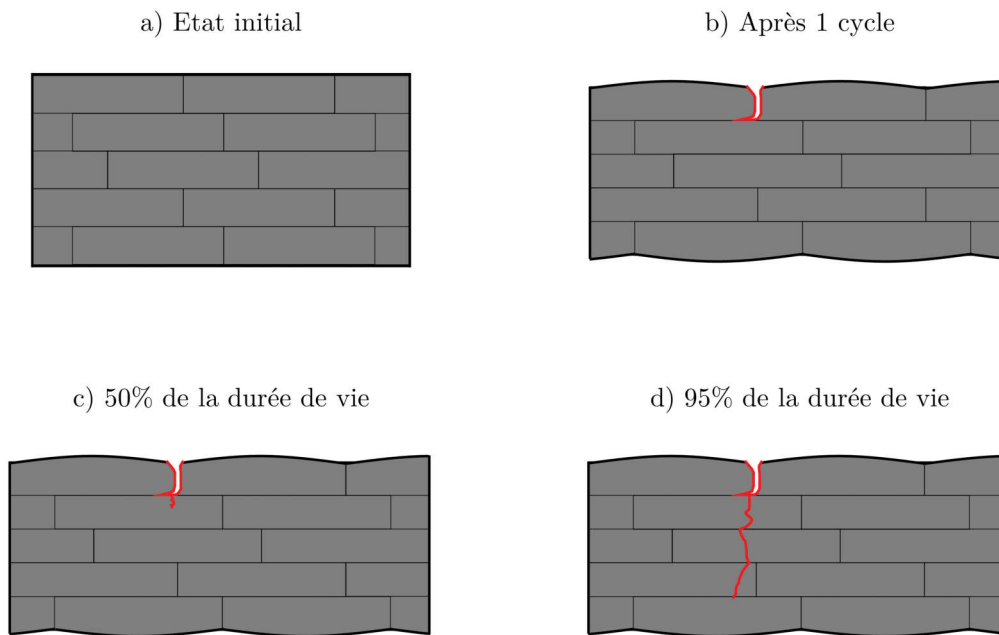


FIGURE 4.17 – Schéma donnant le mécanisme d'endommagement observé sur la matière UC à température ambiante- a) microstructure à l'état initial, b) lors du premier cycle : rupture de quelques joints de grains, la fissure est déviée par la seconde couche de grain, c) après environ 50% de la durée de vie en fatigue, une fissure amorce à partir du défaut initial et commence à se propager probablement de façon transgranulaire et d) la propagation continue durant les 50 derniers % de la durée de vie de façon transgranulaire

4.2.1 Caractérisation de la microstructure à l'état initial

4.2.1.1 État de surface et microstructure de la matière MC avant et après brasage

L'état de surface de la matière MC est comparé avant et après brasage (figure 4.18). Tout comme la matière Std, les stries de laminage sont visibles à la surface des éprouvettes avant brasage (figures 4.18.a et 4.18.b). Une fois les éprouvettes brasées, ces stries disparaissent et la solidification du placage résiduel laisse entrevoir la structure des grains de surface (figures 4.18.c et 4.18.d). A noter qu'une fois encore, aucune goutte de placage résiduel n'a été mise en évidence après étude approfondie de l'état de surface des éprouvettes MC brasées.

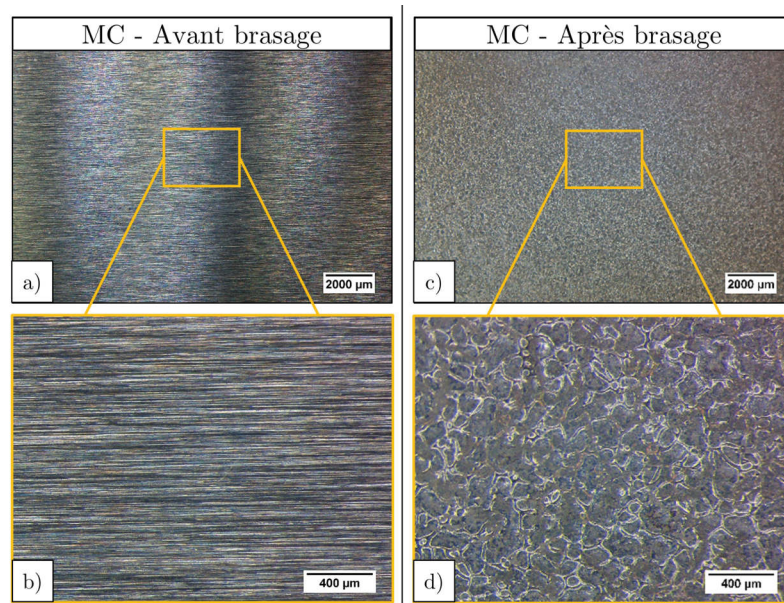


FIGURE 4.18 – Micrographies optiques donnant l'état de surface de la matière MC avant brasage a) vue générale b) agrandissement - et après brasage c) vue générale et d) agrandissement

L'influence du brasage sur la matière MC est montrée figure 4.19. Sur chacune de ces micrographies optiques réalisées après attaque au réactif de Keller ou oxydation anodique, l'échantillon a été placé de telle sorte que l'intercouche en 3003 soit toujours situé dans sa partie inférieure. Il ressort de cette étude les points suivants :

- Avant brasage, la couche de 3003 se différencie facilement du 3916 après oxydation anodique (figure 4.19.c) cette différence est moins marquée après une attaque au réactif de Keller mais permet toutefois son observation.
- Après brasage, une réduction de l'épaisseur est observée à cause de l'écoulement du 4045 lors de sa fusion ; l'épaisseur finale des éprouvettes passe alors de $250 \mu\text{m}$ à $227 \pm 8 \mu\text{m}$.
- Une fois brasée, la couche de 3003 n'est plus visible, du moins après attaque au réactif de Keller (figure 4.19.c). Celle-ci peut être néanmoins devinée après oxydation anodique, (figure 4.19.d), par le biais d'une ligne sombre dans la partie inférieure de la coupe. Ces observations témoignent de la forte diffusion des éléments et de l'homogénéisation qui se produisent lors du brasage.

- La couche de placage résiduel, en blanc figure 4.19.b, présente une épaisseur non homogène. Celle-ci dissout plus ou moins dans l'âme mais de façon similaire sur chacune des faces de l'éprouvette. Ainsi, l'intercouche en 3003 ne semble ni empêcher ni limiter la pénétration du placage résiduel dans l'âme. Les vallées identifiées par Tierce *et al.* [TIE 06] sont peu marquées.
- Comme pour la matière Std, avant brasage, les alliages 3916 et 3003 présentent de nombreux grains allongés dans le sens du laminage. Le brasage provoque la recristallisation du 3916 formant ainsi une dizaine de grains dans l'épaisseur en forme de "pancakes". L'oxydation anodique ne permet pas de distinguer les grains issus de la couche de 3003 de ceux issus du placage résiduel.

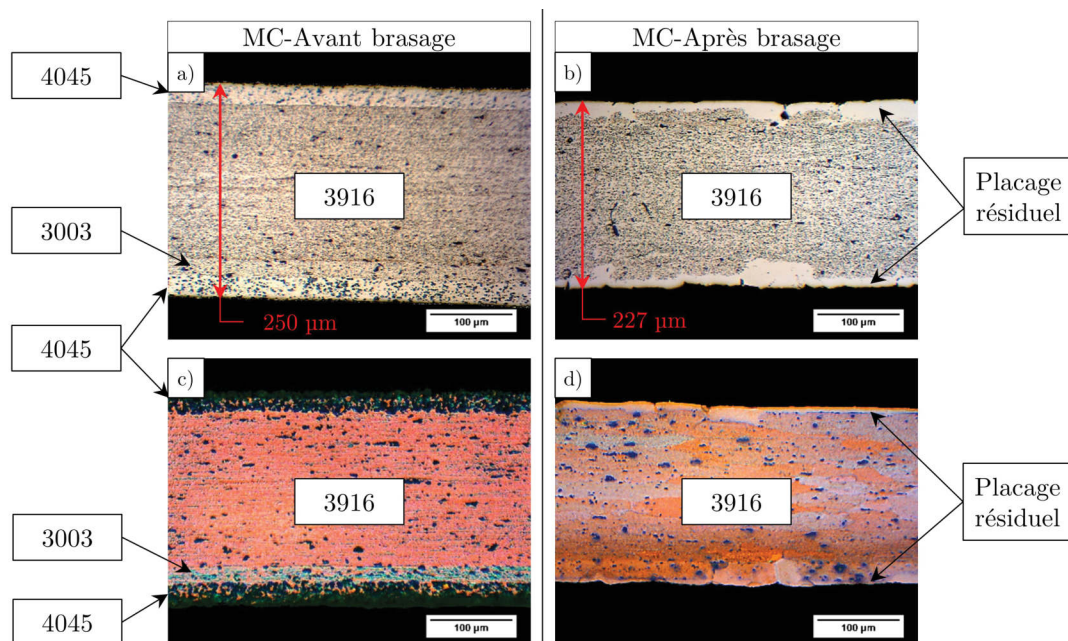


FIGURE 4.19 – Micrographie optique de la matière MC vue en coupe, perpendiculairement au sens de laminage, avant brasage a) attaque au réactif de Keller et c) oxydation anodique - et après brasage b) attaque au réactif de Keller et d) oxydation anodique. A noter que sur chacune de ces micrographies, la couche de 3003 est située dans la partie inférieure

Afin de compléter les observations faites par oxydation anodique, la structure cristalline de la matière Std a été étudiée par EBSD. Les figures 4.20.a et 4.20.b donnent respectivement la microstructure vue parallèlement à la surface et en coupe suivant l'épaisseur. La cartographie IPF-X donnée figure 4.20.a montre que les grains post-brasage ont une forme relativement equiaxe, avec une taille moyenne d'environ $150\text{-}200\mu\text{m}$, légèrement inférieure aux valeurs mesurées pour la matière Std ($200\text{-}250\mu\text{m}$). La figure 4.20.b montre une image de la microstructure dans l'épaisseur de la matière MC. Les grains ont une forme allongée en "pancakes" et l'échantillon compte entre 10 et 15 grains dans l'épaisseur (contre 5 à 10 pour la matière Std). Une micrographie optique après attaque au réactif de Keller (figure 4.20.c) est montrée en vis à vis de cette cartographie EBSD. Il apparaît, comme pour la matière Std, que le placage résiduel recristallise durant le brasage avec les grains de l'âme. L'intercouche en 3003 n'est pas révélée

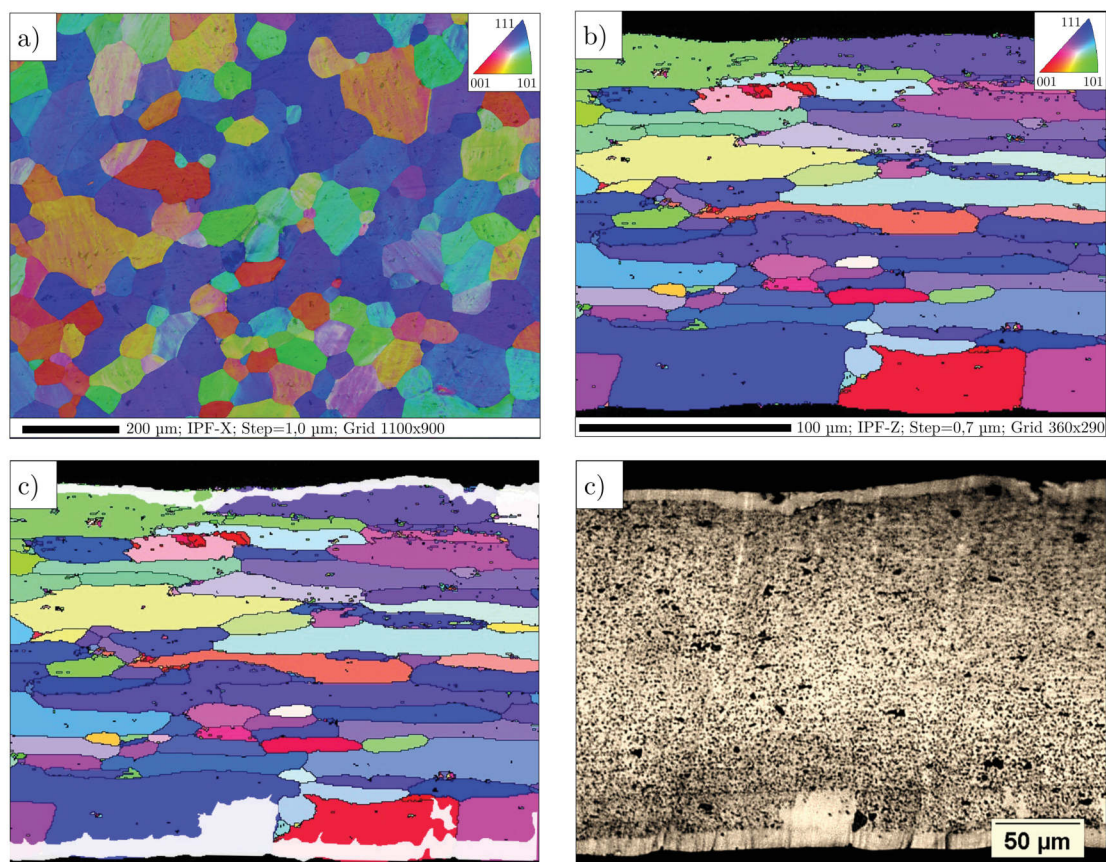


FIGURE 4.20 – Cartographie EBSD et micrographie optique de la matière MC, a) carte IPF-X réalisée parallèlement à la surface de l'échantillon, b) carte IPF-Z réalisée suivant l'épaisseur perpendiculairement au sens de laminage, c) micrographie optique après attaque au réactif de Keller de la même région et d) superposition du placage résiduel sur la carte IPF-Z montrant la dissolution de l'âme par le placage résiduel au niveau d'un joint de grain

par cette caractérisation, cependant, les grains situés en bas de la cartographie EBSD apparaissent beaucoup plus gros que les autres grains (respectivement 30 à 40 μm d'épaisseur contre une dizaine de microns pour les autres) ce qui suggère que les grains de 3003 ont recristallisé avec ceux de l'âme et du placage résiduel. Enfin la dissolution de l'âme par le placage résiduel apparaît plus importante au niveau des joints de grains (figure 4.20.d) comme observé sur la matière Std.

4.2.1.2 Diffusion et analyse chimique : effet de l'intercouche sur la composition chimique après brasage

La composition de la matière MC a été déterminée, après brasage, par EPMA. Des cartographies ont été réalisées en coupe suivant l'épaisseur (voir figure 4.21). L'ajout d'un intercouche en 3003 d'un seul côté (situé en haut de l'échantillon sur cette figure) vient créer un gradient de composition entre la partie supérieure et inférieure de l'échantillon comme le montrent les car-

tographies correspondant aux éléments Cu, Mn, Si et Fe données respectivement figures 4.21.b à e.

- Comme pour la matière Std, **le cuivre** diffuse vers la surface. Néanmoins, bien que de faible épaisseur, l'intercouche joue un rôle de tampon quant à la diffusion du cuivre vers la surface.
- La carte donnant la répartition du **manganèse** (figure 4.21.c) permet également de distinguer l'âme de l'intercouche (indiquée par la flèche blanche). Cette cartographie permet également d'observer très clairement le placage résiduel en sombre sur la figure 4.21.c. La pénétration de celui-ci durant le brasage se fait de façon similaire de chaque côté et entraîne la dissolution de l'âme et de l'intercouche.
- **Le silicium** diffuse très largement dans l'âme et l'intercouche et ce quasiment jusqu'au centre de l'échantillon comme le montre la figure 4.21.d.
- **Le fer** diffusant peu et étant peu soluble dans l'aluminium est, comme dans le cas de la matière Std, distribué de façon homogène dans l'épaisseur et se retrouve principalement dans les précipités.

L'ajout d'un intercouche entre l'âme et le placage en 4045 permet de limiter la diffusion du cuivre vers la surface et du silicium vers l'âme. La composition chimique de la matière après brasage n'est donc pas symétrique contrairement à la matière Std. Néanmoins, la pénétration du placage résiduel se produit également côté intercouche. Par ailleurs, les compositions chimiques du placage résiduel présent à la surface de la matière MC et de la matière Std sont similaires comme le montre le tableau 4.3. Toutefois, la composition en Si du placage résiduel est légèrement plus basse dans le cas de la matière MC comparée à la matière Std.

Matière	Si (%m)	Cu (%m)	Mn (%m)	Fe (%m)
Std-placage résiduel	1-1.5	0.6	0.2	<0.1
MC-placage résiduel (coté 3003)	0.6-0.9	0.4	0.2	<0.1
MC-placage résiduel (coté opposé)	0.7-0.9	0.5	0.2	<0.1

TABLE 4.3 – Compositions chimiques du placage résiduel issues des mesures EPMA réalisées dans l'épaisseur des matières Std et MC

En se basant sur ces observations et celles réalisées sur la matière Std, les changements microstructuraux se produisant au cours du brasage de la matière MC peuvent être illustrés par le schéma donné figure 4.22.

- Lors de la montée en température et avant la fusion du 4045, les grains de l'âme initialement allongés et aplatis (figure 4.22.a) recristallisent et forment de plus gros grains. Ceux de l'intercouche recristallisent conjointement avec les grains de l'âme et forment alors de très gros grains (figure 4.22.b).
- Lorsque la température atteint 577°C le 4045 commence à fondre, le silicium contenu dans le placage diffuse vers l'âme et à l'inverse le cuivre diffuse de l'âme vers le placage (figure 4.22.c). La diffusion de ces éléments se fait de façon moins importante du côté de l'intercouche. Une partie du placage s'écoule par gravité et/ou par capillarité réduisant ainsi la quantité de liquide présent à la surface.

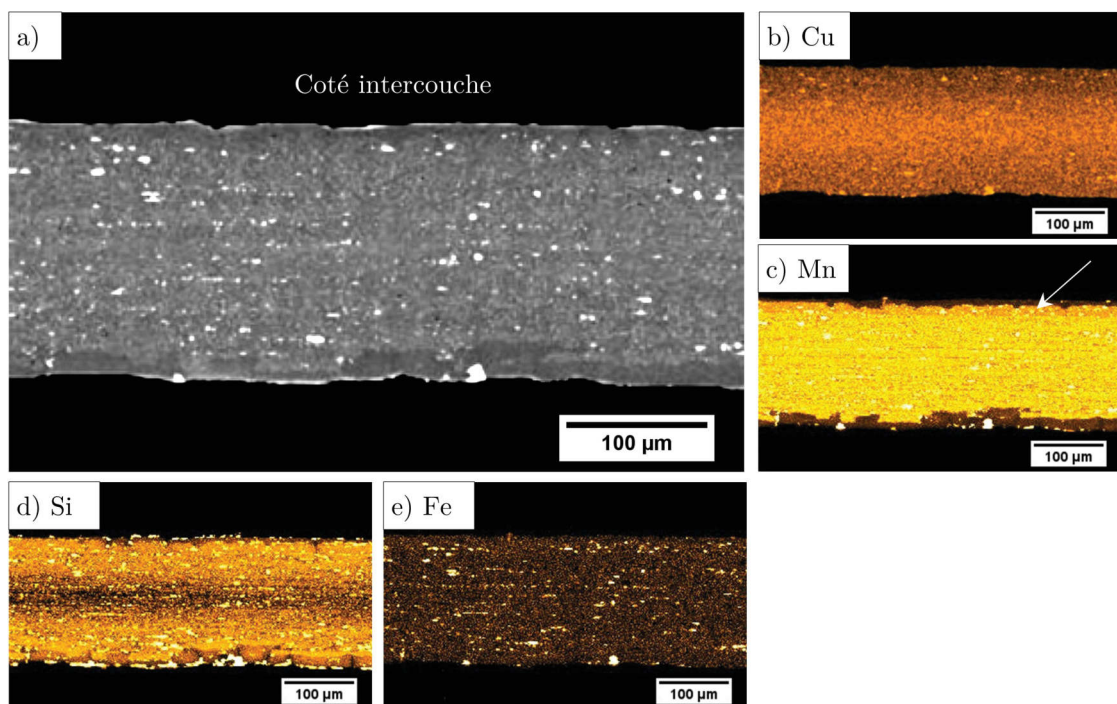


FIGURE 4.21 – Cartographies EPMA réalisées dans l'épaisseur de la matière MC, l'intercouche en 3003 se situe en haut de l'échantillon. a) Micrographie MEB de la zone analysée, b) cartographie du cuivre, c) cartographie du manganèse d) cartographie du silicium et e) cartographie du fer

- Du fait de la diffusion du silicium, notamment au niveau des joints de grains, vers l'âme, la température de fusion de cette dernière diminue permettant la pénétration du placage et la dissolution de l'âme mais aussi de l'intercouche (figure 4.22.d).
- A la fin du brasage et lors du refroidissement (figure 4.22.e), les grains situés à l'interface solide/liquide commencent à croître par épitaxie avec une composition chimique proche d'une solution solide Al-Si (environ 1%_m Si). Les régions situées entre les grains (interface placage résiduel / âme) sont enrichies en silicium du fait de l'enrichissement en Si de la phase liquide durant la solidification. A la fin de celle-ci, une contraction du volume se produit et crée le relief observé en surface.

4.2.2 Propriétés mécaniques et comparaison avec la matière Std

4.2.2.1 Propriétés mécaniques monotones

Les courbes de traction présentées figure 4.23 ont été obtenues sur 5 éprouvettes testées à température ambiante. Celles-ci sont comparées aux résultats obtenus pour 5 éprouvettes de la matière Std⁷. Il s'agit des courbes de traction conventionnelles (après brasage) ne tenant pas compte de la striction au cours de l'essai.

Il apparaît, après brasage, que la matière MC possède de meilleures propriétés mécaniques que la matière Std et notamment en terme de limite à rupture. Ceci n'est pas dû à la présence de l'intercouche (simple loi des mélanges) car le 3003 présente des propriétés mécaniques inférieures au 3916 utilisé pour l'âme.

Matière	R_m (MPa)	$R_{p0.2}$ (MPa)	A(%)
Std-B	147 (\pm 0.8)	51 (\pm 1)	20.7 (\pm 1.2)
MC-B	159 (\pm 2.0)	57 (\pm 1.8)	20.0 (\pm 1.3)

TABLE 4.4 – Propriétés mécaniques des matières Std et MC après brasage, avec $R_{p0.2}$ la limite d'élasticité conventionnelle à 0.2% de déformation plastique, R_m la contrainte maximale à rupture et A(%) l'allongement à rupture. L'écart-type est donné entre parenthèse

4.2.2.2 Comportement en fatigue de la matière MC comparé aux matières Std et UC

Les essais de fatigue, après brasage, réalisés sur la matière MC ont été comparés aux résultats obtenus pour les matières Std et UC (figure 4.24). La figure 4.24.a est une représentation classique de la courbe de Wöhler donnant la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles à rupture tandis que la figure 4.24.b est une représentation normalisée donnant les contraintes maximales appliquées divisées par la limite à rupture respective de chacune des matières en fonction du nombre de cycle à rupture. De ces courbes, il découle les observations suivantes :

7. Comme pour la matière UC, ces résultats sont issus d'éprouvettes brasées en même temps que la matière MC afin de minimiser la dispersion due au brasage

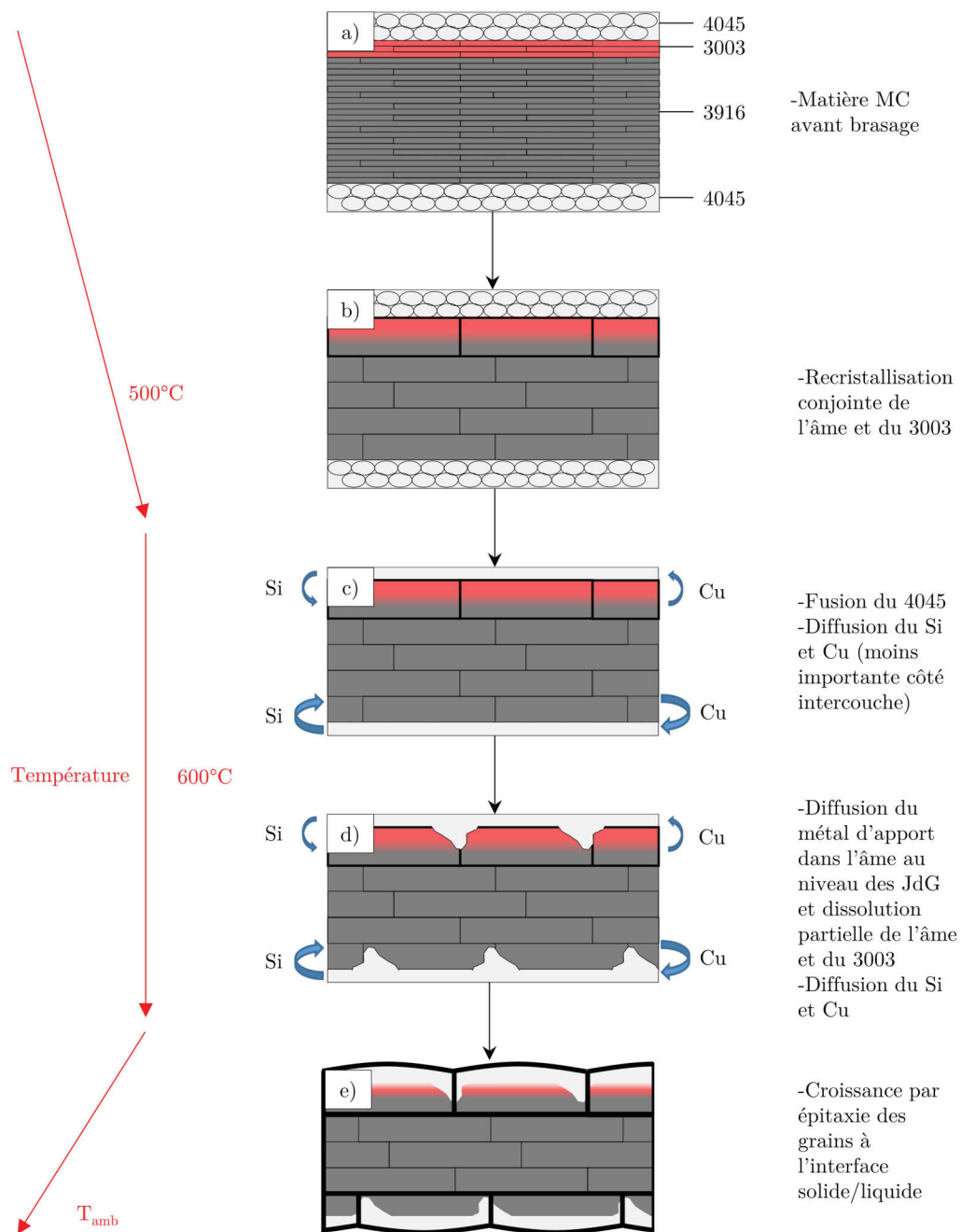


FIGURE 4.22 – Évolution schématique de la microstructure au cours du brasage - a) matière MC avant brasage, la couche rouge symbolise l'intercouche en 3003, b) recristallisation conjointe de l'âme et de l'intercouche à une température inférieure à 500°C, c) à une température supérieure à 600°C fusion du 4045, diffusion des élément Cu et Si (moins importante côté intercouche), d) Le métal d'apport, liquide, diffuse au niveau des JdG entraînant la dissolution de l'âme et de l'intercouche et e) croissance des grains par épitaxie à l'interface liquide/solide lors du refroidissement

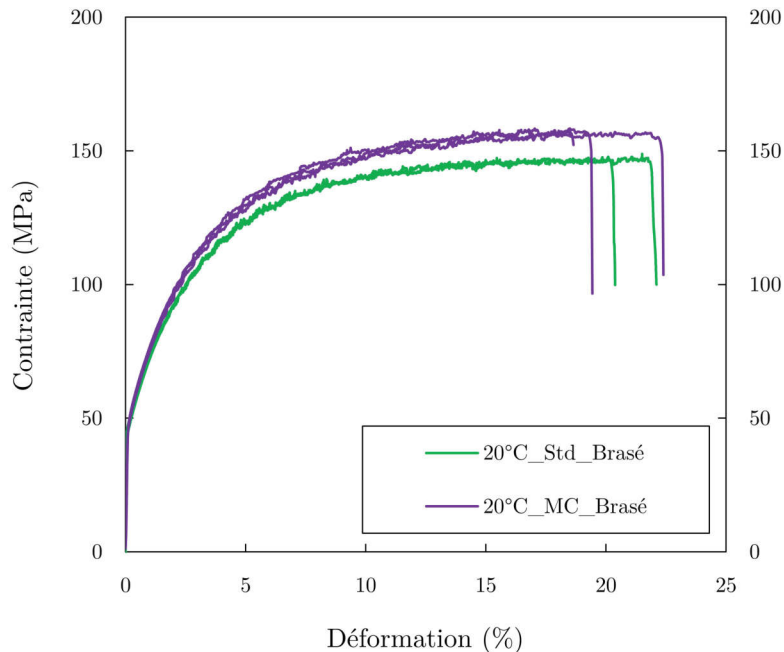


FIGURE 4.23 – Courbes de traction conventionnelles de la matière MC (en violet) et de la matière Std (en vert) après brasage testées à température ambiante

- La matière MC présente de meilleures propriétés de tenue en fatigue que la matière Std pour les niveaux de chargement élevés. Ainsi la limite de fatigue à 10^5 cycles est de 149MPa pour la matière MC contre 137MPa pour la matière Std.
- Pour des niveaux de chargement plus faibles, cette tendance pourrait s'inverser, la limite de fatigue à 10^6 cycles étant de 110MPa pour la matière MC contre 120MPa pour la matière Std. Cette observation est toutefois à nuancer du fait, que pour ce niveau de chargement, elle ne repose que sur une éprouvette de matière MC et qu'aucun point non-rompu à 10^7 cycles n'a été obtenu⁸.
- Comme pour la matière Std il est très difficile de rendre compte du domaine oligocyclique, les éprouvettes cassant immédiatement à forte charge ou après plusieurs dizaines de milliers de cycles.
- Une fois normalisées, les courbes des matières MC et Std se confondent presque, la courbe de la matière MC passant même légèrement sous celle de la matière Std.
- Ainsi pour des niveaux de chargement élevés, la contrainte maximale appliquée à la matière MC, correspondant à une durée de vie supérieure à 100 000 cycles, est de l'ordre de 95% de la limite à rupture. Ce niveau de chargement est similaire à celui observé pour la matière Std après normalisation (96% de la limite à rupture pour une durée de vie de 100 000 cycles).
- Enfin, pour un niveau de chargement plus faible, la limite de fatigue à 10^6 cycles de la matière MC s'établit à 65% du R_m contre 80% du R_m dans le cas de la matière Std (analyse basée sur un point).

8. Les essais ont été réalisés sur un nombre limité d'éprouvettes (20)

Ainsi les meilleures propriétés de tenue à la fatigue que semble présenter la matière MC par rapport à la matière Std seraient principalement dues à ses meilleures propriétés mécaniques monotones du moins pour des contraintes élevées (supérieures à 130MPa). En effet, après normalisation, la courbe de la matière MC se situe légèrement sous celle de la matière Std. L’ajout d’un intercouche n’améliore donc pas les propriétés de tenue en fatigue de la matière MC, celles-ci étant beaucoup plus proches de celles de la matière Std que de la matière UC.

4.2.3 Mécanisme d’endommagement

Afin de déterminer les mécanismes d’endommagement, les éprouvettes de matière MC non-polies seront tout d’abord analysées post-mortem en se basant notamment sur l’étude des faciès de rupture, de l’état de surface ainsi que sur l’étude de fissures secondaires. Les résultats obtenus seront complétés dans la suite de ce chapitre par l’analyse de deux éprouvettes de matière MC polies. Le tableau 4.5 donne les caractéristiques et paramètres d’essais des éprouvettes présentées dans cette étude. Encore une fois, il ne s’agit pas là d’une présentation exhaustive, seuls les exemples les plus marquants sont présentés (notamment concernant les éprouvettes non-polies). La nomenclature suivante a été utilisée : **MC-P-x** avec **MC** le nom de la matière, **P** ou **NP** selon que l’éprouvette soit **Polie** ou **Non Polie** et **x** le numéro de l’essai.

Nom	Charge (MPa)	Σ_R	Nb de cycles	Fissure suivi	Analyses
MC-NP-01	133	0.8	158 961	0	fractographie
MC-NP-02	133	0.8	396 867	0	fractographie, coupe métallographique
MC-NP-03	156	0.94	44 043	0	fractographie
MC-NP-04	156	0.94	29 637	0	fractographie
MC-P-01	149	0.90	283 186	1	suivi optique, EBSD
MC-P-02	158	0.95	344 000*	1	suivi optique, laminographie

TABLE 4.5 – Conditions expérimentales des essais de fatigue sur la matière MC brasée et détail des analyses réalisées. Le nombre de cycles avec une étoile correspond à un essai interrompu avant la rupture finale de l’éprouvette

4.2.3.1 Études des mécanismes d’endommagement à partir des éprouvettes MC non polies

L’observation de la surface des éprouvettes MC-NP après essais révèle la présence, sur chacune des faces, de nombreuses ruptures intergranulaires dont un exemple issu de l’éprouvette MC-NP-03 est donné figure 4.25.a. Les coupes réalisées perpendiculairement à l’axe de sollicitation sur ces ruptures ont montré que la matière MC est également sensible à la multi-fissuration ; de nombreuses fissures secondaires ayant été observées sur chacune des faces des éprouvettes (voir

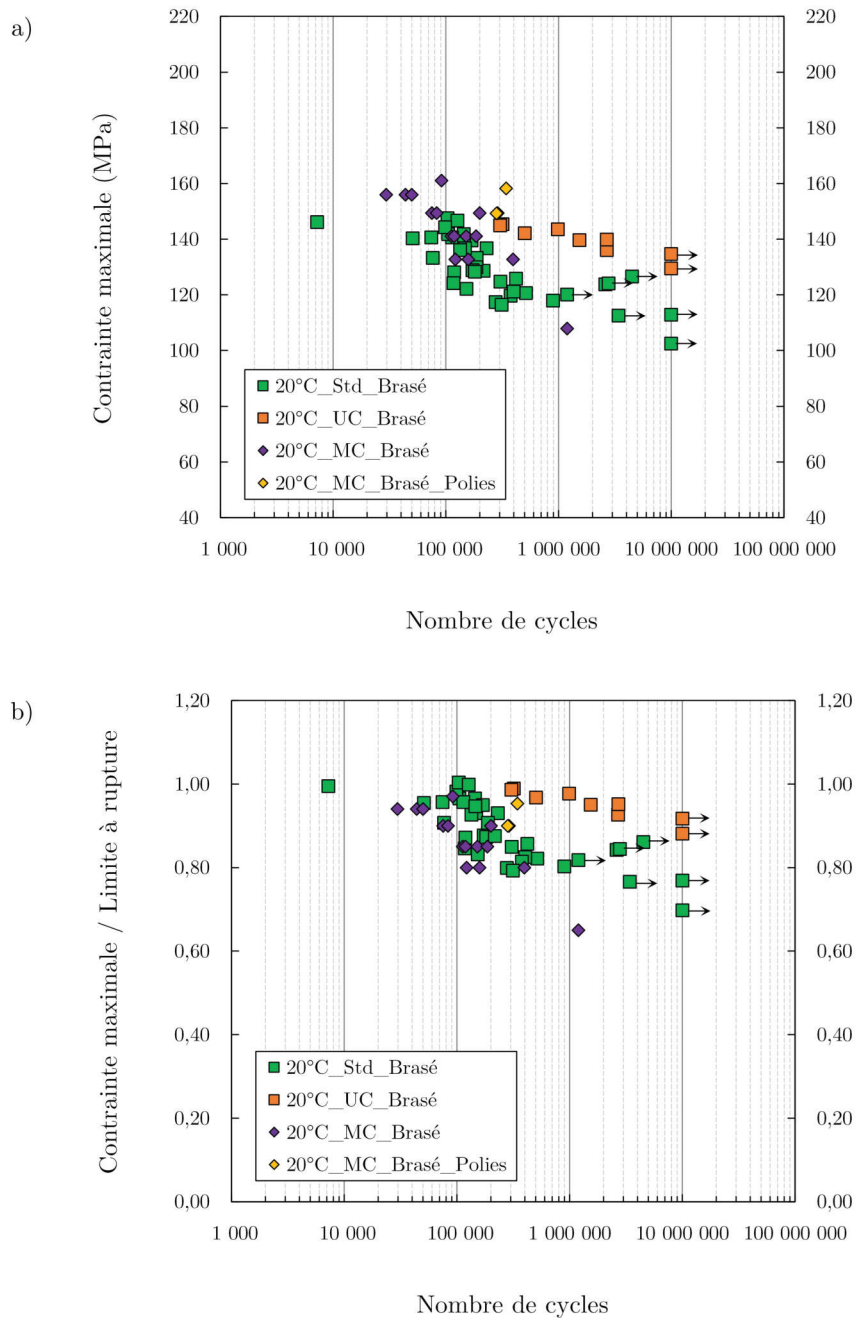


FIGURE 4.24 – Courbes de fatigue comparant le comportement des matières MC, Std et UC après brasage à température ambiante. Les points avec les flèches représentent les éprouvettes non rompues. a) Courbe de fatigue standard donnant la contrainte de fatigue maximale appliquée en fonction du nombre de cycles à rupture et b) Courbe de fatigue normalisée donnant le ratio de la contrainte de fatigue maximale sur la limite à rupture de chaque matière en fonction du nombre de cycles à rupture. ($R=0.1$, $\Delta\sigma = cte$, température ambiante et $f=10\text{Hz}$)

l'exemple de la figure 4.25.b). De plus, certaines de ces fissures présentent une forme en "virgule" similaire à celles observées sur la matière Std comme le montre la figure 4.25.d.

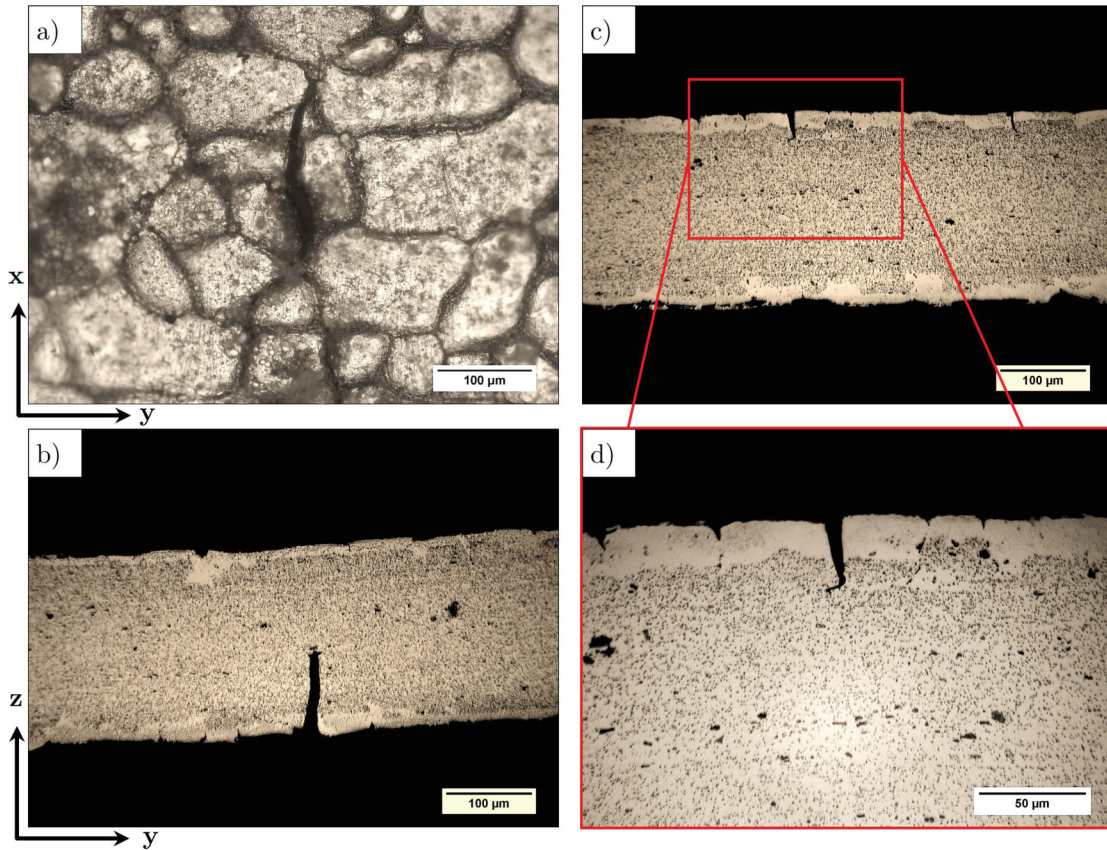


FIGURE 4.25 – Micrographies optiques de l'éprouvette MC-NP-03 montrant a) une rupture intergranulaire située sur l'une des faces de l'éprouvette similaire à celles observées sur la matière Std, b) une fissure secondaire s'étant propagée depuis la face inférieure de l'éprouvette (vue en coupe perpendiculairement à l'axe de sollicitation), c) une seconde fissure secondaire ayant amorcé sur la face supérieure de l'éprouvette (vue en coupe perpendiculairement à l'axe de sollicitation) et d) un agrandissement de cette seconde fissure montrant sa forme en virgule similaire à celle observée sur la matière Std

Les faciès de rupture des éprouvettes MC-NP révèlent un aspect similaire à ceux observés pour la matière Std. En prenant l'exemple du faciès de rupture de l'éprouvette MC-NP-01 présenté figure 4.26, les différentes zones précédemment décrites sont identifiées. Ainsi la zone d'amorce se trouve sur l'une des faces de l'éprouvette (proche d'un bord) et montre une zone facetée indiquant une rupture intergranulaire (figure 4.26.b). La propagation stable de la fissure par fatigue se fait tout d'abord dans l'épaisseur de l'éprouvette puis dans la largeur (figure 4.26.c). Enfin, avant la rupture ductile finale de l'éprouvette, une zone de propagation mixte est observée sur la figure 4.26.d.

Enfin, en identifiant au préalable par microscopie optique et oxydation anodique la face pré-

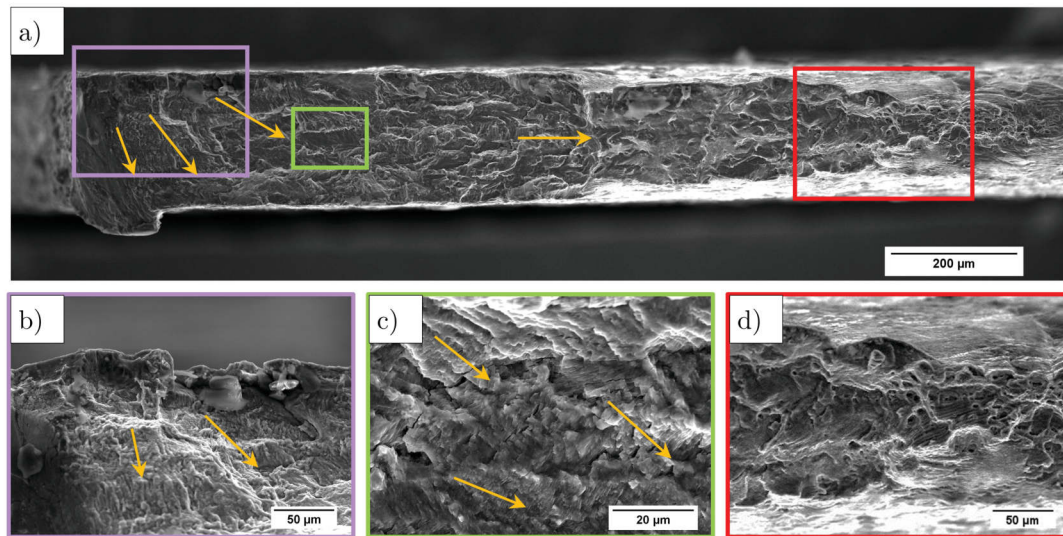


FIGURE 4.26 – Fractographies de l'éprouvette MC-NP-01. a) Vue générale du faciès, b) zone d'amorçage de la fissure, la zone lisse correspond aux décohésions intergranulaires visibles, par exemple figure 4.25, c) propagation stable par fatigue dans l'épaisseur de l'éprouvette et d) zone mixte présentant à la fois des cupules et des stries de fatigue, la zone de rupture ductile brutale est également visible. Les flèches jaunes indiquent la direction de propagation

sentant l'intercouche en 3003, il a été possible de montrer que les fissures ayant conduit à la rupture des éprouvettes ont amorcé aussi bien à partir de la face comportant l'intercouche en 3003 (figure 4.27.a) qu'à partir de la face opposée (figure 4.27.b). La présence de l'intercouche ne semble donc pas influencer l'amorçage des fissures.

4.2.3.2 Amorçage et propagation avec suivi optique et laminographique des fissures

Les mécanismes d'endommagement de la matière MC apparaissent donc similaires à ceux identifiés pour la matière Std. Afin de compléter ces observations, notamment concernant l'amorçage et la propagation des fissures, deux éprouvettes de matière MC ont été polies et observées au cours d'essais de fatigue.

L'évolution de l'état de surface de la matière MC entre l'état initial et après le premier cycle en fatigue est donnée figure 4.28. Excepté la présence de nombreux intermétalliques au niveau des joints de grains à l'état initial, l'évolution de l'état de surface de la matière MC est similaire à celle observée sur la matière Std (figure 3.20). En effet, à l'état initial, (figure 4.28.a), des vallées (indiquées par les flèches bleues), sont encore visibles malgré le polissage réalisé. De plus, après le premier cycle, une forte déformation plastique est observée à la surface de l'éprouvette (figure 4.28.b). De nombreuses bandes de glissement apparaissent et des fissures se forment au niveau des joints de grains (indiquées par les flèches rouges). Ainsi de la même façon que pour la matière Std, l'amorçage pour la matière MC se produit dès le premier cycle sur chacune des faces de la matière MC indépendamment de la présence de l'intercouche (comme observé sur les

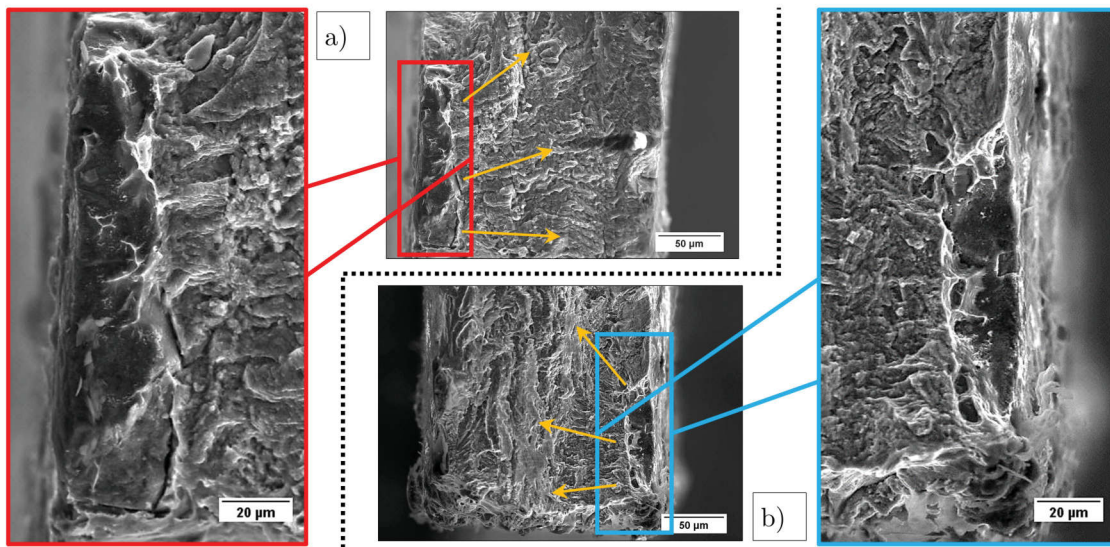


FIGURE 4.27 – Fractographie montrant a) le faciès de rupture de l'éprouvette MC-NP-03 ayant amorcé de façon intergranulaire du côté de l'intercouche et b) le faciès de rupture de l'éprouvette MC-NP-04 ayant amorcé de façon intergranulaire du côté opposé à l'intercouche

faciès de rupture des éprouvettes MC-NP).

Cependant, contrairement aux matières Std et UC, une influence du polissage sur les durées de vie et le comportement en fatigue des éprouvettes MC-P-01 et MC-P-02 a été observée (voir les points jaunes figure 4.24). Plusieurs facteurs peuvent contribuer à expliquer cette meilleure durée de vie. Tout d'abord ces éprouvettes ont été davantage polies que celles en matière Std (environ $25\mu\text{m}$ contre $10\mu\text{m}$). Ce polissage "excessif", retirant une partie non négligeable du placage résiduel, pourrait diminuer le nombre de sites d'amorce et ainsi augmenter la tenue en fatigue de ces éprouvettes ce qui rapproche d'ailleurs ces points de la courbe de la matière UC (figure 4.24.b). D'autre part, seuls deux échantillons ont été polis, ainsi la différence de tenue en fatigue des éprouvettes pourrait également être due à la dispersion des résultats relativement importante dans cette gamme d'épaisseur.

Malgré cette différence ces éprouvettes fournissent un certain nombre de renseignements utiles concernant le développement de l'endommagement lors du cyclage. La figure 4.29 donne l'exemple du suivi optique réalisé sur l'éprouvette MC-P-02. Quelques défauts, dont l'origine est inexpliquée mais qui pourrait être dus à un arrachage de grains ou à un défaut de solidification, sont apparus au polissage et une fissure ayant amorcée sur l'un d'eux a été suivie en microscopie optique. Entre l'état initial (figure 4.29.a) et le premier cycle (figure 4.29.b) de nombreuses bandes de glissement apparaissent, cependant aucune rupture de joint de grains ne semble présente. Il faut attendre entre le $150\,000^{\text{ème}}$ cycle (figure 4.29.c) et le $200\,000^{\text{ème}}$ cycle, soit après un temps d'incubation d'environ 50% de la durée de vie, pour qu'une fissure commence à se propager (indiqué en rouge sur la vue schématique figure 4.29.d). La propagation de cette fissure a été suivie, en plus de la microscopie optique, par laminographie. Les figures 4.29.e à

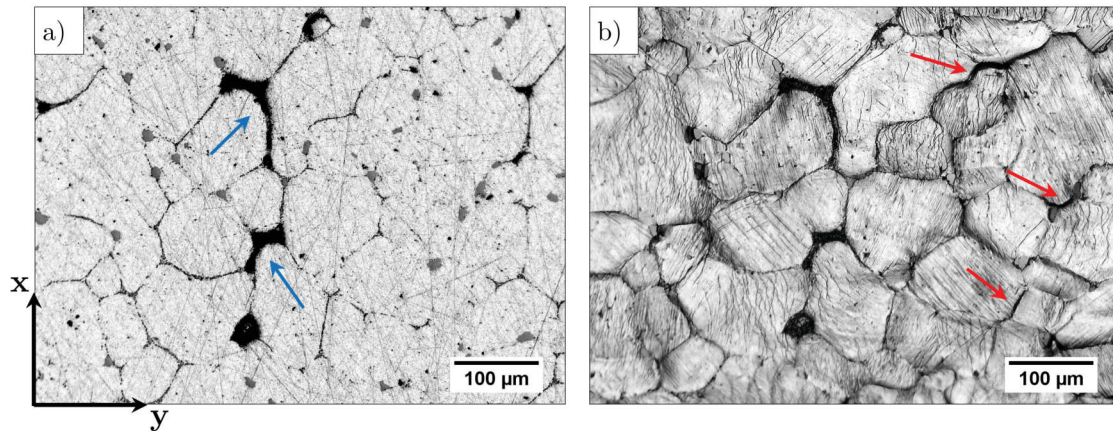


FIGURE 4.28 – Micrographies optiques montrant la même zone de la surface de l'éprouvette MC-P-02 à température ambiante a) à l'état initial et b) après le premier cycle de fatigue ($\sigma_{max}/R_m = 0.95$). Les flèches bleues indiquent la présence de vallées et les flèches rouges la formation de fissures au niveau des joints de grain. Le chargement s'effectue selon l'axe y

4.29.h donnent en vis-à-vis les micrographies optiques et les coupes reconstruites dans le même plan (réalisées quelques microns sous la surface) obtenues par laminographie (taille de voxel $1.45\mu\text{m}$). Cette technique permet de suivre très clairement, de façon ex-situ, la propagation de la fissure au cours de l'essai de fatigue (en s'affranchissant notamment de l'état de surface) et fait apparaître que la fissure pourrait s'être propagée à partir d'un précipité rompu (en blanc sur les coupes laminographiques).

L'éprouvette MC-P-01 ayant également donné lieu à l'amorçage et à la propagation d'une fissure à partir d'un défaut de polissage a fait l'objet d'une cartographie EBSD (figure 4.30). En comparant la micrographie optique de cette fissure (figure 4.30.a) avec la cartographie EBSD IPF-Z de cette même zone (figure 4.30.b), il apparaît que l'amorçage de la fissure est intergranulaire et que la propagation se fait de façon transgranulaire. De plus, en réalisant une coupe perpendiculairement à la direction de propagation, indiquée par la ligne rouge (figure 4.30.a), il apparaît que la fissure a amorcé au niveau d'un joint de grain où une forte pénétration de placage résiduel a eu lieu (figure 4.30.c).

Ainsi, les observations réalisées sur ces éprouvettes correspondent à celles réalisées sur la matière Std. A ceci près que la présence d'un défaut vient localiser un peu plus l'endommagement (augmentation de la concentration de contrainte) et est probablement due au polissage dans la mesure où ces défauts n'ont pas été observés sur les faciès de rupture des éprouvettes non polies.

4.2.4 Synthèse

Pour la matière MC de cette étude, la diffusion du placage résiduel se produit des deux côtés. De plus, durant le brasage, l'intercouche recristallise avec l'âme et le placage résiduel, ce qui entraîne la formation de quelques grains plus gros du côté de la couche en 3003. D'un point

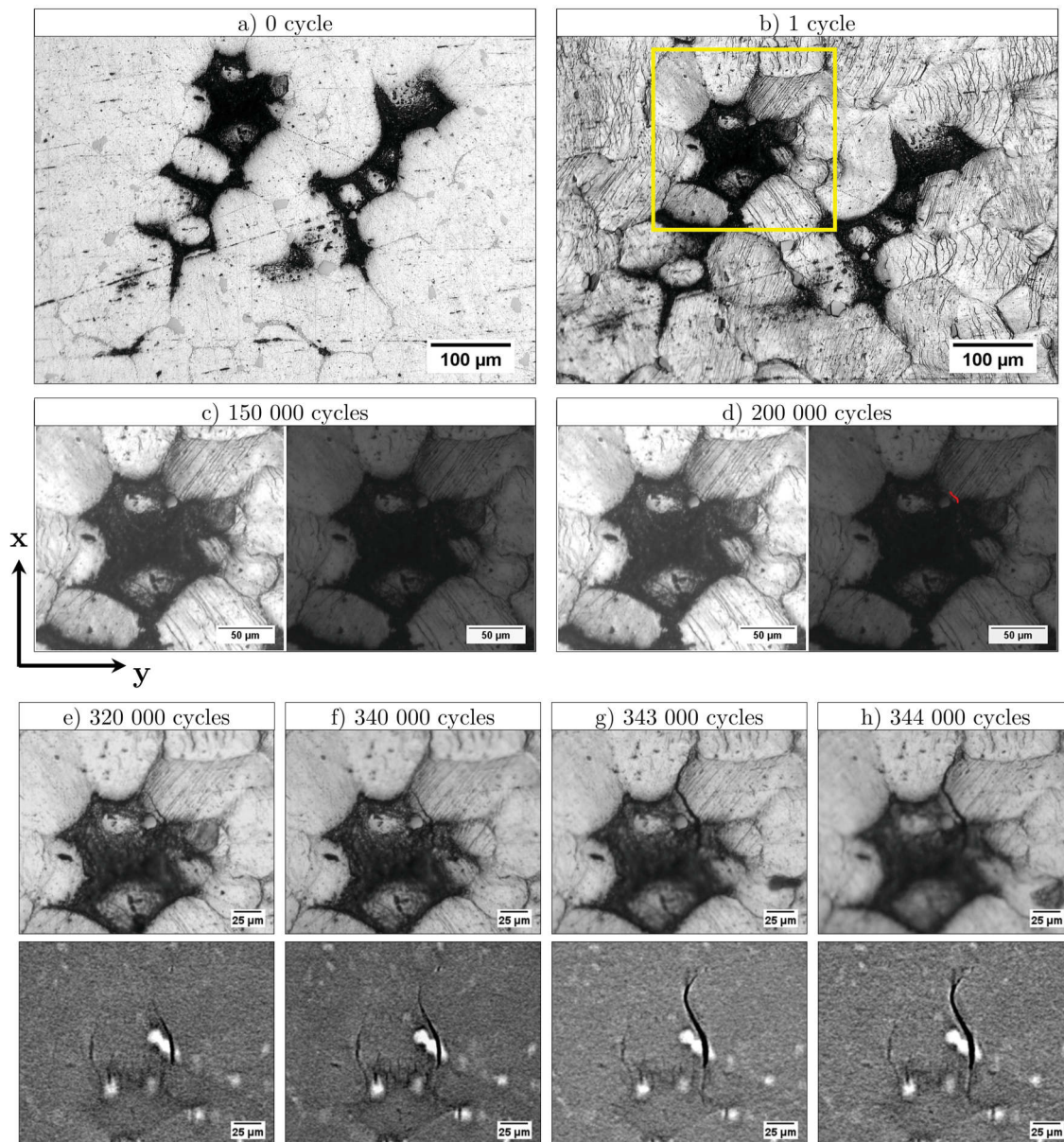


FIGURE 4.29 – Observation de la propagation d’une fissure à partir d’un défaut sur l’une des faces de l’éprouvette MC-P-02 au cours d’un essai de fatigue à température ambiante. Micrographies optiques montrant a) état initial de la surface de l’échantillon et b) après le premier cycle. Des vues schématiques sont données en vis à vis des micrographies optiques après c) 150 000 cycles et d) 200 000 cycles où la propagation à partir de ce défaut, après un temps d’incubation (entre 43% et 58% de la durée de vie), de la fissure est indiquée en rouge sur la vue schématique. La propagation de la fissure est ensuite observée par microscopie optique (en haut) et laminographie optique (en bas, taille de voxel $1.45\mu\text{m}$) après e) 320 000 cycles, f) 340 000 cycles, g) 343 000 cycles et h) 344 000 cycles. Le chargement s’effectue suivant l’axe y

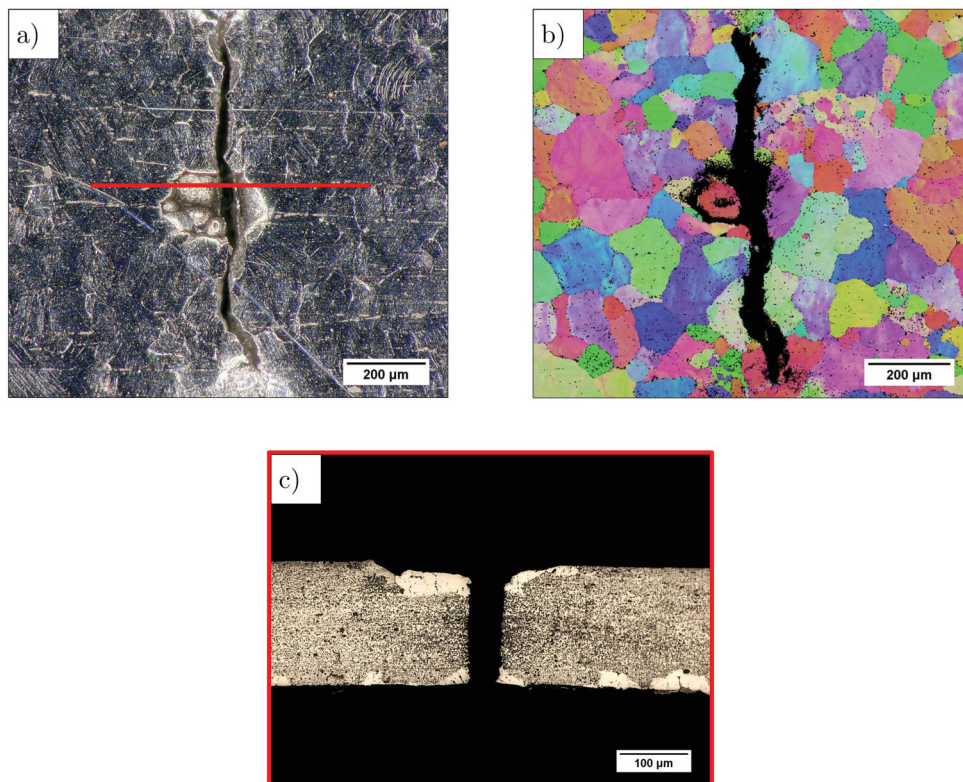


FIGURE 4.30 – a) Micrographie optique montrant la fissure issue de l'éprouvette MC-P-01, le trait rouge indique la localisation de la coupe effectuée en c, b) carte EBSD IPX-Z (pas $2\mu\text{m}$) montrant que la fissure a amorcé de façon intergranulaire et s'est propagée de façon transgranulaire et c) micrographie optique montrant que la fissure a amorcée dans une zone présentant une forte pénétration de placage résiduel

de vue mécanique, la matière MC présente une meilleure tenue à la traction monotone et à la fatigue que la matière Std (pour un niveau de chargement élevé). Néanmoins après normalisation par les limites à rupture respectives de chacune de ces matières, il s'avère que les éprouvettes MC possèdent des propriétés de tenue à la fatigue similaires aux éprouvettes Std (légèrement inférieures à fort nombre de cycles).

Les mécanismes d'endommagement ont été déterminés post-mortem à partir d'une étude approfondie des éprouvettes de matières MC non polies. Afin de compléter ces résultats, des essais de fissuration suivis par microscopie optique et laminographie ont été réalisés sur deux éprouvettes ayant été polies. En se basant sur ces observations, il s'avère que les mécanismes d'endommagement de la matière MC sont semblables à ceux proposés pour la matière Std. Le schéma donné figure 4.31 permet d'illustrer le scénario proposé pour le développement de l'endommagement à température ambiante de la matière MC.

- Lors du brasage, côté intercouche comme côté sans intercouche le placage résiduel pénètre dans l'âme notamment au niveau des joints de grains. De plus, l'intercouche recristallise avec l'âme et le placage résiduel, ce qui entraîne la formation de gros grains du côté de l'intercouche (figure 4.31.a).
- Lors du premier cycle, la matière est déformée et des joints de grains situés sur chacune des deux faces sont rompus. Ces ruptures sont déviées parallèlement à la direction de sollicitation par la seconde couche de grains donnant une forme caractéristique en "virgule" à cette rupture intergranulaire (figure 4.31.b).
- A partir de ces ruptures, et après environ 50% de la durée de vie de l'éprouvette, plusieurs fissures de fatigue se propagent, témoignant, tout comme pour la matière Std, de la sensibilité de la matière MC à la multi-fissuration. Comme pour la matière Std, ce temps d'amorçage, relativement long malgré la présence quasi immédiate (1 cycle) de ruptures intergranulaires et les forts niveaux de chargements, pourrait être expliqué par la forme en "virgule" qui atténue l'effet d'entaille perpendiculairement à la direction du chargement (figure 4.31.c).
- La propagation de la fissure se fait ensuite de façon intragranulaire (figure 4.31.d). Tout d'abord dans l'épaisseur de l'éprouvette puis dans sa largeur jusqu'à ce que la réduction de section soit telle que la limite à rupture est atteinte, entraînant une rupture brutale ductile de l'éprouvette. Les fissures ayant conduit à la rupture des éprouvettes ont amorcé aussi bien à partir de la face comportant l'intercouche qu'à partir de la face opposée.

4.3 Influence de la température sur les mécanismes d'endommagement

Jusqu'à présent dans cette étude, les mécanismes d'endommagement des matières Std, MC où UC ont été étudiés à température ambiante. Or, durant son fonctionnement en régime continu la température du radiateur est de l'ordre de 100°C. A l'inverse, au démarrage du véhicule en hiver le radiateur peut se trouver à des températures négatives. Or il n'est pas à exclure que la température modifie le comportement de la matière et entraîne un changement des mécanismes d'endommagement. Afin d'évaluer ce risque, des essais de traction monotone ainsi que des essais cycliques ont été réalisés sur les matières Std et MC à 120°C et -30°C. Afin d'étudier les

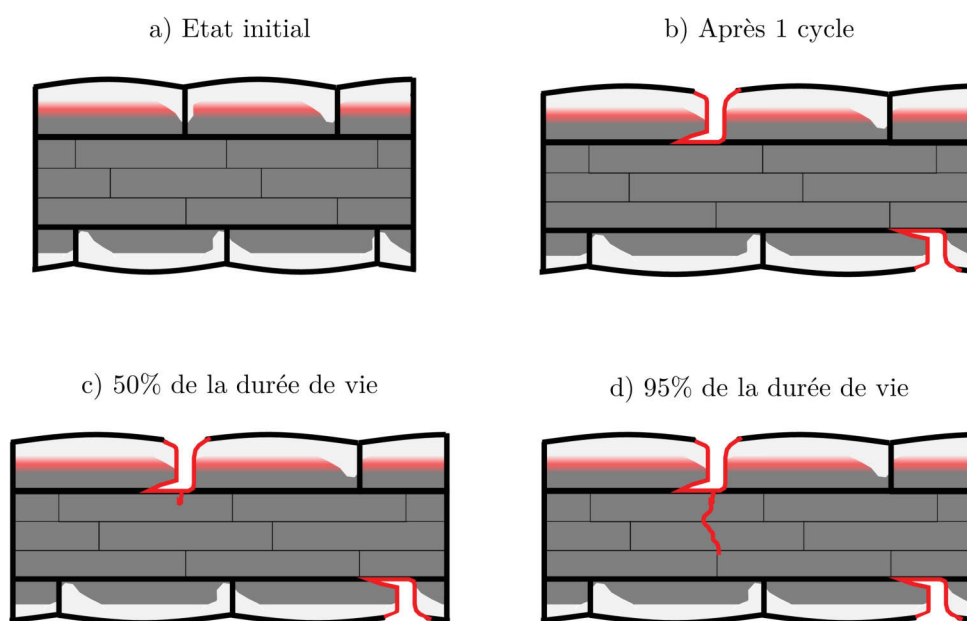


FIGURE 4.31 – Schéma représentant les mécanismes d'endommagement observés à température ambiante sur la matière MC après brasage - a) microstructure à l'état initial après brasage, le placage résiduel a diffusé au niveau des joints de grains et l'intercouche (en rouge) a recristallisé avec l'âme et le placage résiduel, b) lors du premier cycle, rupture des joints de grains à l'interface entre l'âme et le placage résiduel aussi bien du côté de l'intercouche que de l'autre, la fissure est alors déviée par la seconde couche de grain parallèlement à l'axe de sollicitation, c) après environ 50% de la durée de vie en fatigue, une fissure amorce et commence à se propager de façon transgranulaire indépendamment du côté où se trouve l'intercouche et d) la propagation continue durant les 50 derniers pourcents de la durée de vie de façon transgranulaire avec de légères déviations au niveau des joints de grains

mécanismes d’endommagement en fonction de la température pour les matières MC et Std, les éprouvettes seront analysées post-mortem via l’étude des faciès de rupture ainsi que des fissures secondaires.

4.3.1 Caractérisation des propriétés mécaniques en fonction de la température

4.3.1.1 Essais de traction monotone

Les caractéristiques mécaniques des matières Std et MC ont été comparés à -30°C (figure 4.32.a) et à 120°C (figure 4.32.b). Comme observé à température ambiante, (figure 4.23), la matière MC présente, à ces deux températures, de meilleures propriétés de résistance à la traction que la matière Std. En comparant l’effet de la température pour une même matière (respectivement figure 4.32.c pour la matière MC et figure 4.32.d pour la matière Std), une diminution de la limite à rupture est observée avec l’augmentation de la température. Concernant l’allongement à rupture celui-ci diminue légèrement entre -30°C et 20°C avant d’augmenter fortement lorsque la température atteint 120°C . Les propriétés mécaniques de ces deux matières en fonction de la température sont résumées dans le tableau 4.6.

Matière	Température	R_m (MPa)	$(R_{p0.2})$ (MPa)	A (%)
Std	-30°C	156 (± 1.6)	55 (± 1.6)	23.3 (± 2.3)
	20°C	147 (± 0.8)	51 (± 1)	20.7 (± 1.2)
	120°C	124 (± 1.5)	51 (± 1.0)	29.2 (± 0.6)
MC	-30°C	165 (± 1.0)	61 (± 2.1)	22.5 (± 1.9)
	20°C	159 (± 2.0)	57 (± 1.8)	20.0 (± 1.3)
	120°C	139 (± 1.4)	55 (± 2.5)	26.2 (± 1.0)

TABLE 4.6 – Propriétés mécaniques des matières Std et MC à -30°C , 20°C et 120°C , avec $R_{p0.2}$ la limite d’élasticité conventionnelle à 0.2% de déformation plastique, R_m la contrainte maximale à rupture et A(%) l’allongement à rupture. L’écart-type est donné entre parenthèse

4.3.1.2 Comportement cyclique des matières Std et MC en fonction de la température

Les matières MC et Std ont été testées en fatigue à -30°C et 120°C ; les courbes obtenues sont comparées à celles mesurées à température ambiante (sur la figure 4.33). L’analyse de ces essais fait ressortir les points suivants :

- La température n’a pas d’effet sur la difficulté à rendre compte du domaine oligocyclique. Les éprouvettes cassent immédiatement ou après plusieurs dizaines de milliers de cycles à forte charge quelle que soit la température.
- Que ce soit pour la matière MC où la matière Std, une chute de la tenue en fatigue est observée avec l’augmentation de la température (figure 4.33.a et 4.33.b). Dans le cas de la matière Std, la limite de fatigue à 10^6 cycles passe de 130MPa à -30°C , à 120MPa à

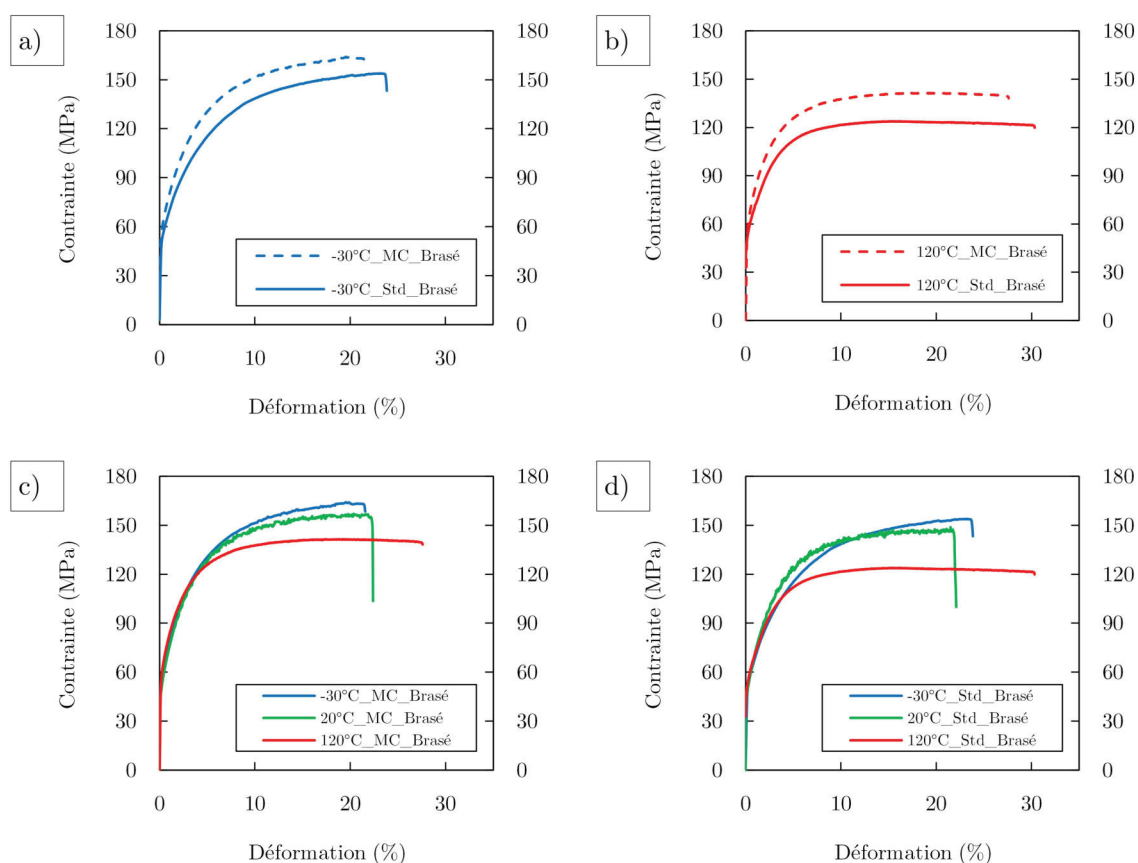


FIGURE 4.32 – Comparaison entre les courbes de traction de la matière MC et Std à a) -30°C et b) 120°C et comparaison des courbes de tractions en fonction de la température de la matière MC (c) et de la matière Std (d)

température ambiante et enfin à 100MPa à 120°C (respectivement 125MPa, 115MPa et 95MPa pour la matière MC).

- La meilleure tenue en fatigue de la matière MC à forte charge par rapport à la matière Std observée à température ambiante (figure 4.24.b) est conservée à -30°C et 120°C. Cette tendance s'inverse pour les faibles charges, la matière Std présentant alors de meilleures propriétés de tenue en fatigue.
- Une fois normalisées, les courbes de chacune des matières réalisées aux différentes températures se superposent (figure 4.33.c et 4.33.d). Ainsi dans le cas de la matière Std, la limite de fatigue à 10^6 cycles se situe, pour les trois températures, à un rapport de charge d'environ 80% R_m (environ 75% du R_m pour la matière MC). Cette superposition tend à indiquer que, dans l'intervalle testé, la température n'a que peu d'influence sur les mécanismes d'endommagement.
- Dans le cas de la matière Std, à température ambiante, une limite en fatigue semble s'établir pour un rapport de charge inférieur à 80% du R_m . A 120°C cette limite est moins claire et pourrait s'établir pour un rapport de charge inférieur à 70% du R_m . Les ruptures observées pour ces faibles rapports de charge pourraient s'expliquer en partie par des phénomènes de fluage pouvant intervenir dès 120°C [KAH 14].
- Pour des raisons expérimentales, il n'a pas été possible d'évaluer cette limite en fatigue dans le cas des essais à -30°C. En effet, au delà de 10^6 cycles et pour atteindre 10^7 cycles (soit 270heures), la logistique nécessaire à l'approvisionnement continu en azote liquide, utilisé pour refroidir l'enceinte climatique, devient problématique.
- Enfin la figure 4.33.e montre qu'une fois normalisés, les essais en température des matières Std et MC se confondent presque. Ces deux matières ont donc des propriétés de tenue en fatigue similaire entre -30°C et 120°C.

En se basant sur les courbes de fatigues normalisées, la température pourrait avoir une faible influence sur les mécanismes d'endommagement. Afin de le vérifier, les mécanismes d'endommagement des matières Std et MC, en fonction de la température, ont été étudiés à partir des éprouvettes après essais. Les mécanismes identifiés sont illustrés à partir des échantillons les plus marquants dont les caractéristiques sont détaillés dans le tableau 4.7.

4.3.2 Mécanismes d'endommagement à 120°C et -30°C

4.3.2.1 Influence de la température sur la matière Std

L'étude de la surface des éprouvettes Std après essais à 120°C et -30°C a révélé la présence de nombreuses ruptures, sur chacune des deux faces, similaires à celles observées à température ambiante. La figure 4.34.a donne, en exemple, l'état de surface de l'éprouvette 120-Std-01 après essais. En réalisant une coupe tomographique juste sous la surface de cet échantillon ces fissures apparaissent alors très clairement (figure 4.34.b). En effectuant une coupe selon le plan indiqué en rouge (figure 4.34.c), il apparaît que les ruptures présentent une forme caractéristique "en virgule" comme observé à température ambiante.

De plus, les faciès de rupture de la matière Std à 120°C et -30°C présentent une structure similaire à ceux observés à température ambiante (figure 3.25 et 3.26). Ainsi en prenant l'exemple du faciès de rupture de l'éprouvette 120-Std-02, (figure 4.35.a), une zone d'amorce présentant

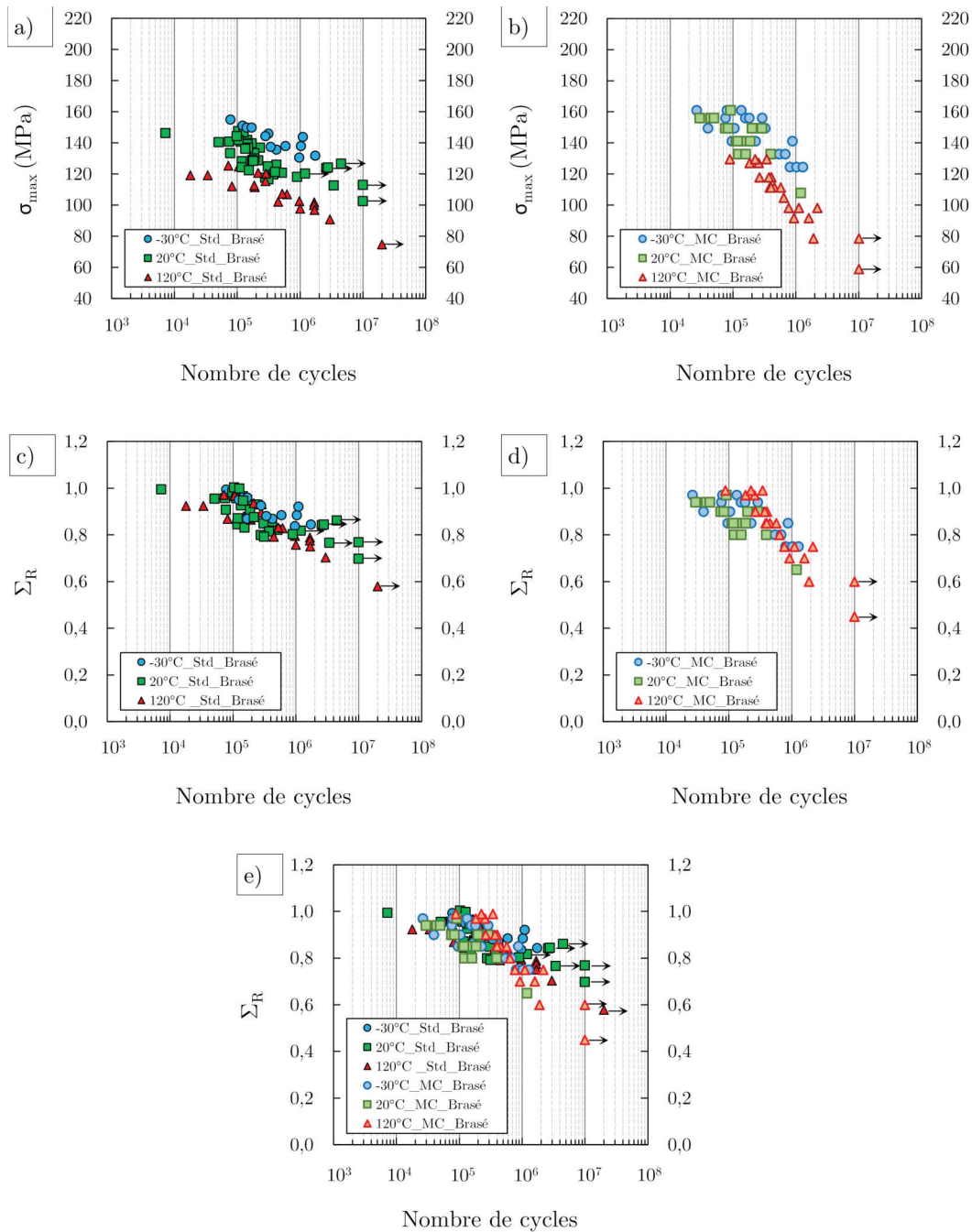


FIGURE 4.33 – Comparaison des courbes de fatigue en fonction de la température pour les matières Std et MC. a) Courbe de fatigue standard donnant la contrainte de fatigue maximale appliquée en fonction du nombre de cycles à rupture a) pour la matière Std et b) pour la matière MC. Courbes de fatigue normalisées donnant le ratio de la contrainte de fatigue maximale sur la limite à rupture (R_m) à la température de l'essai de chaque matière (Σ_R) en fonction du nombre de cycles à rupture pour les matières c) Std, d) MC et e) Std + MC. ($R=0.1$, $\Delta\sigma = cte$, $f=10\text{Hz}$)

Nom	Charge (MPa)	Σ_R	Nb de cycles	Analyses
120-Std-01	111	0.86	120 000*	coupe métallographique, tomographie
120-Std-02	91	0.70	2 967 564	fractographie
120-Std-03	125	0.97	106 214	fractographie
120-Std-04	102	0.79	447 253	fractographie
120-MC-01	127	0.97	216 626	fractographie
120-MC-02	127	0.97	183 292	coupe métallographique
120-MC-03	111	0.85	401 769	coupe métallographique
-30-Std-01	148	0.95	123 696	fractographie
-30-MC-01	161	0.97	80 000	coupe métallographique
-30-MC-02	156	0.94	76 302	fractographie

TABLE 4.7 – Conditions expérimentales des essais de fatigue à 120 et -30°C sur la matière Std et MC et détail des analyses réalisées. Le nombre de cycles avec une étoile correspond à un essai interrompu avant la rupture finale de l'éprouvette

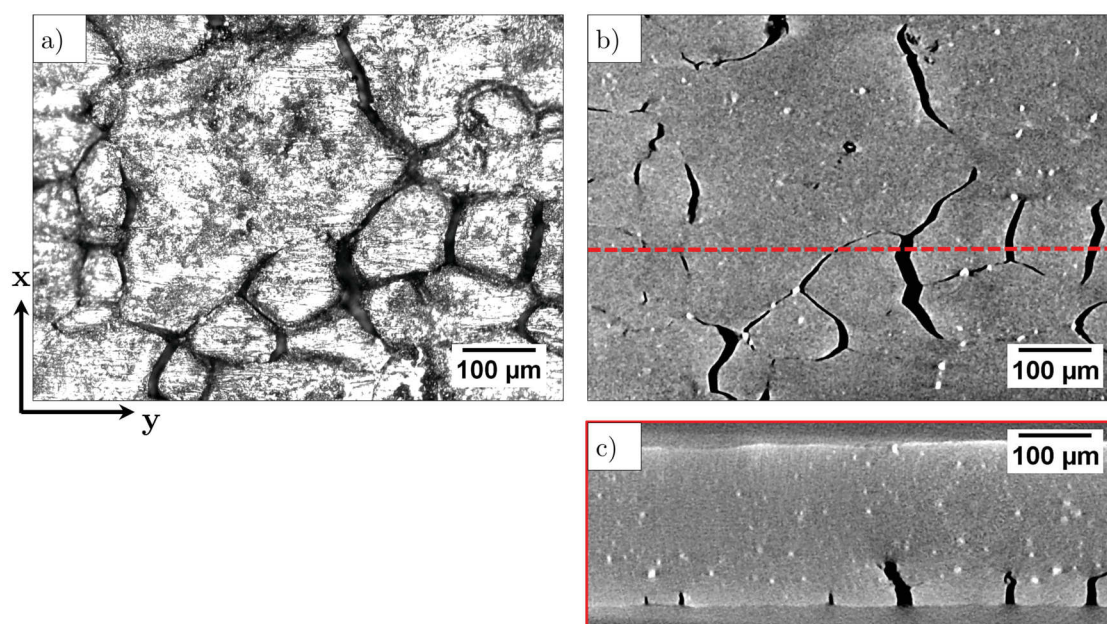


FIGURE 4.34 – État de surface et coupes réalisées après essai sur l'éprouvette 120-Std-01 a) micrographie optique de la surface, b) coupe tomographique correspondant à la micrographie reconstruite juste sous la surface montrant de nombreuses ruptures probablement intergranulaires et c) coupe tomographique reconstruite suivant le plan indiqué en rouge montrant que les ruptures présentent une forme caractéristique en "virgule". Le chargement s'effectue suivant l'axe y

une surface lisse, témoignant d'une rupture intergranulaire, est observée (figure 4.35.b). La propagation stable par fatigue s'effectue dans un premier temps dans l'épaisseur de l'éprouvette puis dans sa largeur (figure 4.35.c). Une zone mixte est également observée, (figure 4.35.d), avant la rupture brutale ductile de l'éprouvette, (figure 4.35.e). D'autres exemples montrant la zone d'amorce intergranulaire ainsi que la propagation stable par fatigue de la fissure dans l'épaisseur des éprouvettes 120-Std-03, 120-Std-04 mais aussi -30-Std-01 sont donnés respectivement figures 4.35.f, et 4.35.g et figure 4.36 (essai à -30°C).

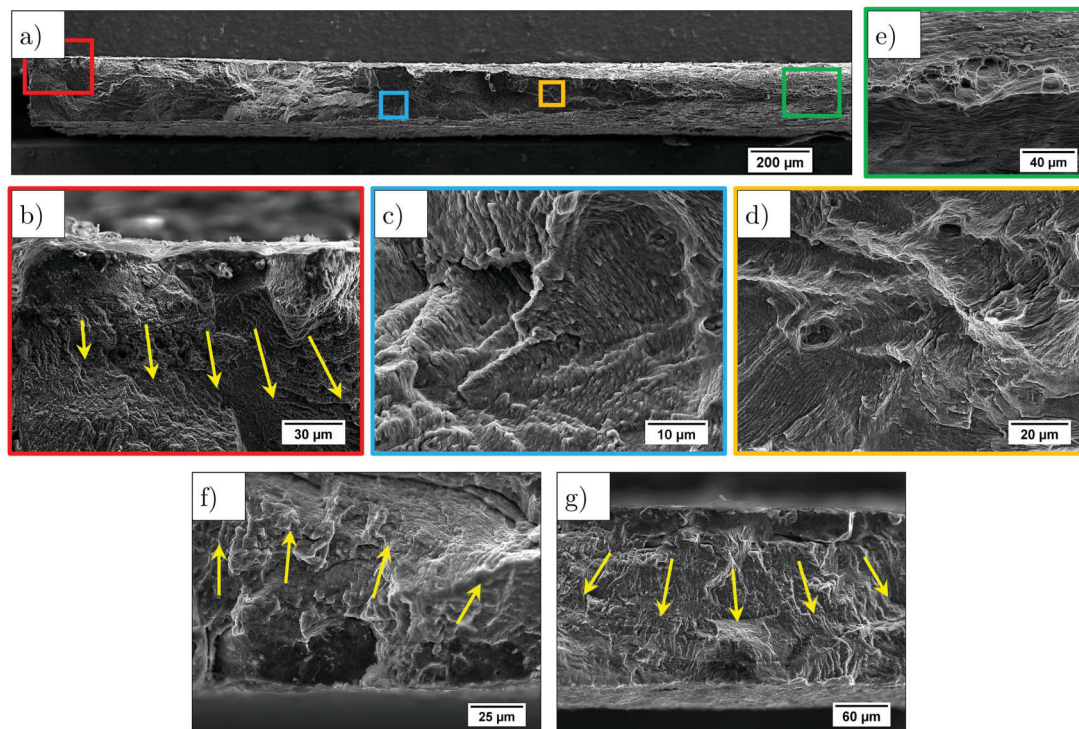


FIGURE 4.35 – Fractographies montrant le faciès de rupture de l'éprouvette 120-Std-02 a) vue générale du faciès, b) zone d'amorçage de la fissure, la zone lisse correspond à la rupture intergranulaire, la zone striée correspond à la propagation stable par fatigue dans l'épaisseur de l'éprouvette, c) propagation stable par fatigue dans la largeur de l'éprouvette, d) zone mixte présentant à la fois des cupules et des stries de fatigue, e) zone de rupture brutale ductile présentant des cupules et une forte striction, f) faciès de rupture de l'éprouvette 120-Std-03 présentant également une zone d'amorçage intergranulaire et g) zone d'amorçage intergranulaire de l'éprouvette 120-Std-04. Les flèches jaunes indiquent les directions de propagation

4.3.2.2 Influence de la température sur la matière MC

Les mêmes observations sont réalisées sur la matière MC testée à 120°C et -30°C comme le montrent respectivement les figures 4.37 et 4.38. Lors du chargement, des ruptures intergranulaires se produisent à la surface de la matière MC comme le montre le cas de l'éprouvette 120-MC-03 (figure 4.37.a) et -30-MC-01 (figure 4.38.a) et ce, aussi bien sur la face avec inter-

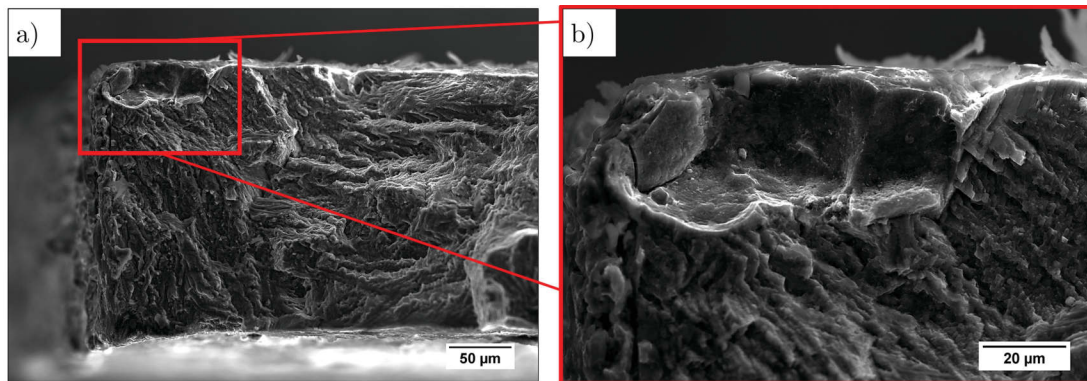


FIGURE 4.36 – Fractographies montrant le faciès de rupture de l'éprouvette -30°-Std-01 a) vue générale et b) agrandissement de la zone d'amorce montrant la propagation de la fissure dans la largeur de l'éprouvette à partir d'une amorce intergranulaire

couche que sur la face opposée. Ces décohésions intergranulaires ont une forme caractéristique en "virgule" et constituent les amorces des fissures en fatigue (figure 4.37.b et figure 4.38). Ces observations métallographiques sont confirmées par l'étude des faciès de rupture comme le montre ceux des éprouvettes 120-MC-01 et-30-MC-02 où la zone d'amorce présente une surface lisse et facettée (indiquant une rupture intergranulaire) à partir de laquelle une propagation stable en fatigue s'est produite.

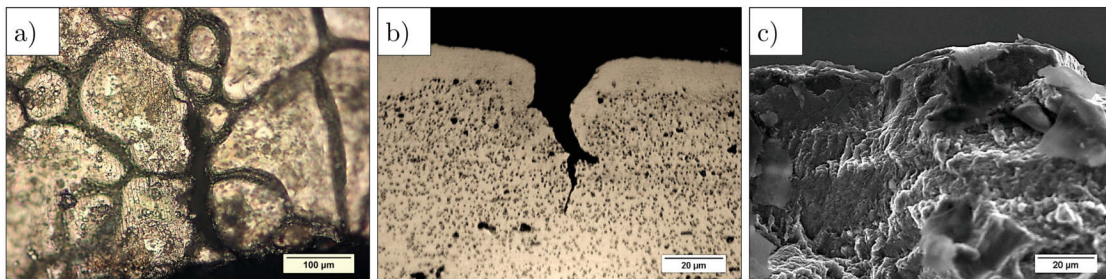


FIGURE 4.37 – Observation des mécanismes d'endommagement de la matière MC à 120°C, a) micrographie optique de l'état de surface de l'éprouvette 120-MC-03 montrant une décohésion intergranulaire, b) micrographie optique réalisée en coupe dans l'épaisseur suivant l'axe de chargement de l'éprouvette 120-MC-02 montrant que les décohésions intergranulaires ont une forme caractéristique en "virgule" et que la propagation se fait à partir de cette amorce et c) faciès de rupture de l'éprouvette 120-MC-01 montrant la zone d'amorce caractérisée par une zone lisse et facettée témoignant de l'amorçage intergranulaire

4.3.3 Synthèse

Bien qu'ayant une influence non négligeable sur les propriétés de tenue à la traction et à la fatigue, il apparaît que la température ne modifie qu'assez peu la durée de vie en fatigue des matières Std et MC après normalisation. Les mécanismes d'endommagement des matières Std et

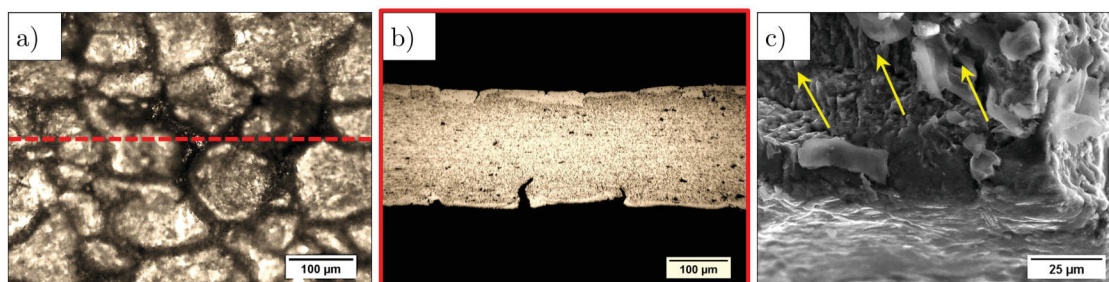


FIGURE 4.38 – Observation des mécanismes d’endommagement de la matière MC à -30°C , a) micrographie optique de l’état de surface de l’éprouvette -30-MC-01 montrant une décohésion intergranulaire, b) micrographie optique réalisée en coupe dans l’épaisseur suivant l’axe de chargement de l’éprouvette -30-MC-01 montrant que les décohésions intergranulaires ont une forme caractéristique en "virgule" et c) faciès de rupture de l’éprouvette -30-MC-02 montrant une surface lisse et facettée témoignant d’un amorçage intergranulaire et d’une zone striée indiquant la propagation stable par fatigue de la fissure dans l’épaisseur de l’éprouvette

MC, établies à partir d’essais mécaniques et confirmés par l’analyse des éprouvettes après rupture, apparaissent similaires à ceux observés à température ambiante entre -30°C et 120°C , ce qui expliquerait la superposition des courbes de fatigue normalisées. Ainsi dans **cet intervalle de température** les mécanismes d’endommagement des matières MC et Std ne sont pas modifiés. Ce dernier point est important, car comme il a été montré précédemment (paragraphe 1.3.4), des phénomènes de fluage commencent à se produire dès 120°C . Nos observations montrent qu’à 120°C les phénomènes de fluage ne sont pas encore prépondérants et ne changent pas les mécanismes d’endommagement, ce qui risque de ne plus être le cas à plus haute température.

4.4 Bilan

Dans ce chapitre, la suppression du placage en 4045 dans le cas de la matière UC a confirmé que le placage résiduel joue un rôle central dans la tenue en fatigue des matières brasées et des mécanismes d’endommagement. En le supprimant, le nombre d’amorces à la surface des éprouvettes après le premier cycle est en effet très fortement réduit et explique en grande partie la meilleure tenue en fatigue de la matière UC vis à vis de la matière Std. Hormis cette réduction du nombre de ruptures initiales les mécanismes d’endommagement de ces deux matières apparaissent néanmoins similaires.

Bien entendu, le placage en 4045 est indispensable au brasage des radiateurs de refroidissement, et ne peut donc être supprimé. Dans le cas de la matière MC de cette étude, l’ajout de l’intercouche n’a pas modifié la diffusion du placage résiduel. De plus, une fois rapportée à leur limite à rupture respective, la tenue en fatigue de la matière MC est finalement comparable à celle de la matière Std. Les mécanismes d’endommagement identifiés sont semblables pour les deux matières et l’amorçage se produit aussi bien du côté présentant l’intercouche que de l’autre. La configuration testée n’est donc pas une solution efficace pour l’amélioration de la tenue en fatigue des matières tubes.

Enfin, dans un intervalle de -30 à 120°C il a été montré que la température ne modifie pas les mécanismes d'endommagement des matières Std et MC. Tout ces résultats sont résumés dans le tableau 4.8.

	Matière Std	Matière MC	Matière UC
Micro-structure	- Pénétration du placage aux JdG - Fragilisation des JdG	-Pénétration du placage aux JdG malgré l'intercouche - Fragilisation des JdG	- Pas de placage
1 ^{er} cycle et zone d'amorce	-Ruptures intergranulaires nombreuses sur chaque face y compris avec intercouche -Forme en virgule, profondeur plus de 30 μ m		-Ruptures intergranulaires peu nombreuses -Forme en virgule, profondeur environ 20 μ m
Propagation	- Forte sensibilité à la multi-fissuration -Propagation transgranulaire durant 50% de la durée de vie		- Faible sensibilité à la multi-fissuration -Propagation transgranulaire durant 50% de la durée de vie
Température	-Pas d'effet de la température sur les mécanismes d'endommagement		-Non testé

TABLE 4.8 – Comparaison entre les mécanismes d'endommagement de la matière UC et Std à température ambiante

Chapitre 5

Discussion des résultats

Ce chapitre a pour objectif d'apporter des éléments de discussion relatifs aux résultats décrits jusqu'à présent. Une première partie de ce chapitre est consacrée à l'influence des conditions de brasage sur l'état de surface des éprouvettes. Puis dans un second temps, le comportement des matières en fatigue ainsi que leurs mécanismes d'endommagement seront discutés.

Sommaire

5.1	Influence du brasage sur l'état de surface des éprouvettes : formation des GPR	168
5.1.1	Influence du brasage sur la tenue en fatigue	168
5.1.2	Influence du cycle de brasage sur la microstructure	170
5.2	Scénario d'endommagement	174
5.2.1	Aspect des courbes de fatigue	174
5.2.2	Amorçage	176
5.2.3	Propagation	180

5.1 Influence du brasage sur l'état de surface des éprouvettes : formation des GPR

Comme déjà énoncé, ce travail de thèse s'inscrit dans la continuité de l'étude réalisée par Butéri *et al.* [BUT 12]. L'un des résultats marquant de cette étude était la présence de Gouttes de Placages Résiduelles (GPR) à la surface des échantillons après brasage. Pour rappel, l'une des deux matières étudiées par cet auteur (la CM0) correspond à la matière Std décrite dans ce manuscrit (même composition et même épaisseur). Dans ces deux études, le même procédé de fabrication des échantillons a été utilisé : même cycle thermique et four de brasage. Cependant, dans la présente étude, aucune GPR n'a été observée à la surface des échantillons (figure 3.1). Après une comparaison entre ces deux matières, les paragraphes suivants vont donc s'attacher à montrer l'influence du brasage sur l'état de surface.

5.1.1 Influence du brasage sur la tenue en fatigue

La figure 5.1 compare les propriétés de tenue à la fatigue de la matière Std brasée dans le cadre de cette étude (en vert) et brasée dans le cadre de la thèse d'A. Buteri (en violet). Par la suite, et afin d'éviter toute confusion, ces matières seront respectivement appelées Std-réf et Std-CM0. Il est important de noter que, dans les deux cas, les mêmes conditions d'essais ont été utilisées (forme des éprouvettes, machine, chargement, température). Il apparaît que la matière Std-réf présente de meilleures propriétés de tenue à la fatigue, notamment à fort nombre de cycles, que la matière Std-CM0. Ainsi la limite de fatigue à 10^6 cycles de la matière Std-réf est de 120MPa contre moins de 100MPa pour la matière Std-CM0. La présence de GPR à la surface de la matière Std-CM0 pourrait contribuer à expliquer cette différence. Cependant, A. Buteri montre que la matière Std-CM0 est en fait peu sensible à la présence de GPR et que l'amorçage s'effectue principalement au niveau des phases fragiles présentes aux joints de grains, c'est à dire dans les vallées. Or la matière Std-réf ne présente pas de phases fragiles entre les grains (paragraphe 3.1.1). Cette absence de phases fragiles pourrait ainsi expliquer la différence de comportement entre les deux matières et notamment à fort nombre de cycles pour des contraintes plus faibles.

A. Buteri avait déjà mis en évidence la dispersion que peut engendrer le procédé de brasage sur l'état de surface et donc sur la durée de vie en fatigue. Ainsi, des GPR présentant des tailles différentes (plus petites) ont été obtenues sur un second lot d'éprouvettes brasées suivant le même cycle de brasage, mais à une date ultérieure. Bien que l'origine d'une telle différence d'état de surface n'ait pas pu être clairement identifiée, ce second lot d'éprouvettes présente une durée de vie plus importante que le premier lot. Il est donc très important de comprendre les raisons de l'apparition de ces GPR si l'on veut optimiser la durée de vie en fatigue des échangeurs.

Afin d'expliquer l'influence du brasage sur l'état de surface des éprouvettes plusieurs hypothèses peuvent être formulées comme par exemple, la quantité de flux appliquée en surface des éprouvettes, la composition chimique du placage ou encore l'homogénéité en température du four utilisé. Afin de tester la validité de ces hypothèses, des éprouvettes ont été brasées sans flux. Or, celles-ci ne présentent aucune GPR à leur surface (ni de vallées très marquées) et leur comportement en fatigue est similaire à celui des éprouvettes avec flux (voir également l'annexe B). Ainsi,

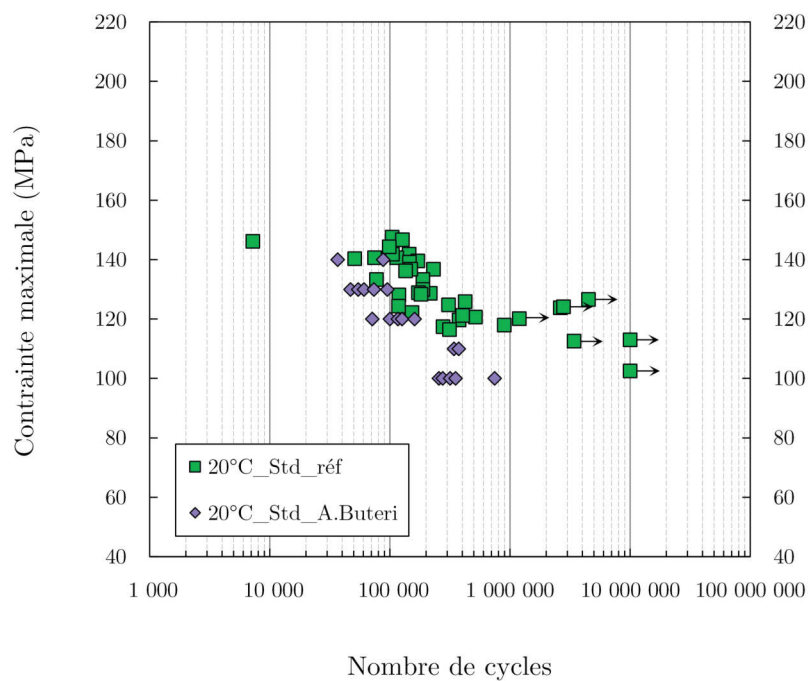


FIGURE 5.1 – Courbes de fatigue standard donnant la contrainte de fatigue maximale appliquée en fonction du nombre de cycles à rupture comparant le comportement de la matière Std brasée dans le cadre de cette étude (en vert) et brasée dans le cadre de la thèse de A.Buteri (en violet). ($R=0.1$, $\Delta\sigma = cte$, température ambiante et $f=10\text{Hz}$)

le flux ne semble pas être un paramètre déterminant dans la formation des GPR. Par ailleurs, des éprouvettes ayant des compositions (définition) matières identiques pouvant ou non donner des GPR (Std-réf / Std-CM0), il paraît peu probable que la composition chimique soit le facteur déterminant dans l'apparition des GPR. Le cycle de brasage, et notamment l'homogénéité des températures des fours entre les différentes sessions de brasage, apparaît donc comme le facteur le plus probable influençant l'état de surface. Gao *et al.* ainsi que Nayeb *et al.* ont ainsi montré qu'une légère modification du temps ou de la température de brasage pouvait entraîner un changement notable de la microstructure et des propriétés mécaniques [GAO 02, NAY 02].

5.1.2 Influence du cycle de brasage sur la microstructure

Différents cycles de brasage ont été appliqués afin d'évaluer leur impact sur l'état de surface des éprouvettes Std et MC. Des thermocouples ont été placés à la surface de tôles de matières Std et MC puis celles-ci ont été placées dans *un four de brasage prototype* (différent de celui utilisé pour la préparation des éprouvettes de fatigue précédemment présentées). A noter que dans les paragraphes suivants, seul le cas de la matière Std est présenté car comparable à la matière Std-CM0 de Butéri *et al.*. Différents cycles ont donc été réalisés et sont présentés figure 5.2. Le choix a été fait de réaliser trois profils de brasage différents.

- Le premier, donné figure 5.2.a, correspond à un cycle "froid" : la température est réglée à 580°C à la surface de la tôle et le temps de maintien fixé à 10 min.
- Le second (figure 5.2.b), correspond à un cycle "rapide" : la température à la surface de la tôle est réglée à 615°C et le temps de maintien fixé à 5min.
- Le troisième, (figure 5.2.c), correspond à un brasage "chaud" : la température à la surface de la tôle est réglée à 615°C et le temps de maintien à 15min.

Ces cycles de brasage sont à mettre en regard du cycle effectué sur l'ensemble des éprouvettes de cette étude et réalisé sur un four industriel. Celui-ci est donné figure 5.2.d : la température à l'intérieur du four est réglée à 620°C ce qui correspond, sur éprouvette, à une température de surface comprise entre 580°C et 600°C. Ces valeurs ont été obtenues par l'instrumentation avec des thermocouples d'éprouvettes lors d'un cycle de brasage. Cependant, il est important de noter que, faute de moyens, l'instrumentation d'éprouvettes n'a pu être réalisée systématiquement durant le brasage. L'enregistrement provenant du four industriel (figure 5.2.d) a été réalisé antérieurement à cette étude afin de valider le cycle de brasage.

La figure 5.3 donne l'état de surface et la microstructure des tôles brasées après la réalisation de ces différents cycles.

Pour le cycle de brasage "froid" à 580°C, la micrographie optique de la surface de la tôle révèle la présence de nombreuses GPR (flèches sur la figure 5.3.a). De plus, comme le montre la cartographie EDX une forte concentration en silicium est observée au niveau de ces GPR mais aussi des joints de grains, ce qui témoigne de la présence d'intermétalliques dans les joints de grains comme observé par A. Buteri [BUT 12]. La micrographie optique réalisée en coupe met également en évidence la présence de ces GPR et des intermétalliques.

La surface de la tôle brasée avec le cycle "rapide" à 615°C ne présente aucune GPR (figure 5.3.b). La cartographie EDX montre en revanche que le silicium se retrouve au niveau des joints

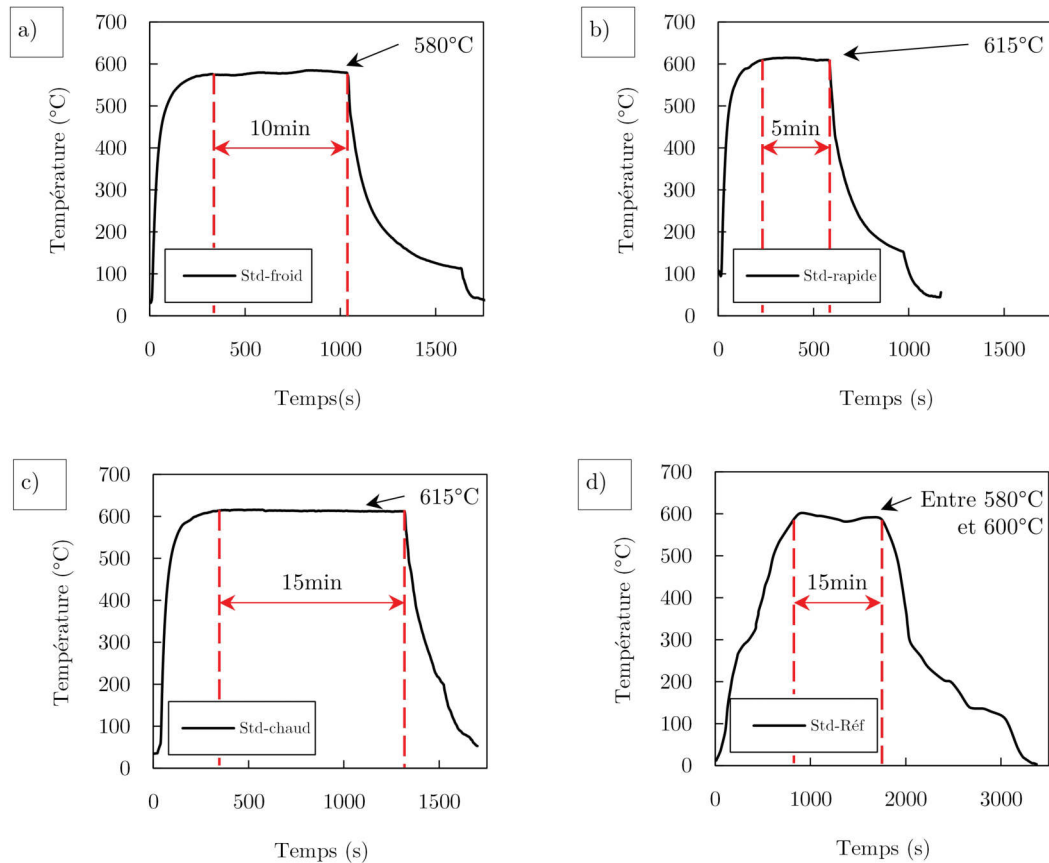


FIGURE 5.2 – Graphiques donnant le profil temps-température des cycles de brasages a) "**froid**" température de 580°C et temps de maintien de 10min, b) "**rapide**" température de 615°C et temps de maintien de 5min, c) "**chaud**" température de 615°C et temps de maintien de 15min et d) de **référence**, utilisé pour le brasage des éprouvettes, température entre 580°C et 600°C et temps de maintien de 15min

de grains dans des intermétalliques, ce qui est confirmé par la micrographie optique réalisée en coupe sur laquelle des vallées contenant des intermétalliques sont visibles (entourés en rouge).

L'étude de la tôle après le cycle de brasage "chaud", (figure 5.3.c), montre qu'aucune GPR ne s'est formée et que, de plus, le silicium est plus uniformément réparti. Des particules intermétalliques sont néanmoins visibles sur la micrographie optique réalisée en coupe (entourées en rouge).

Enfin, comme montré au paragraphe 3.1.1, la matière Std brasée avec le cycle de "référence" ne présente aucune GPR ni intermétalliques au niveau des joints de grains que ce soit sur la cartographie EDX ou sur la micrographie optique vue en coupe (figure 5.3.d).

Ainsi il apparaît très clairement que la formation des GPR, mais aussi des intermétalliques au niveau des joints de grains, est directement liée aux conditions de brasage. Plus le cycle de brasage sera froid, et le temps de maintien court plus la matière après brasage sera susceptible de présenter des GPR et des intermétalliques.

A l'inverse, une température plus élevée et un temps de maintien plus long favorisent une diffusion importante du silicium de la surface vers l'âme. Au paragraphe 3.1.3 il a été montré que le silicium diffuse sur environ une centaine de microns dans l'épaisseur. Ainsi, lors du refroidissement, la concentration en silicium présent à la surface est plus faible ce qui diminue la quantité de particules intermétalliques susceptibles de se former au niveau des joints de grains. Les vallées apparaissent alors moins marquées.

Cette étude nous apprend également que la température vue par les éprouvettes de la matière Std, préparée dans le cadre de cette étude, est sûrement supérieure à celle attendue (proche de 615°C). En effet, l'état de surface et la microstructure observée sont plus proches de ceux obtenus après le cycle "chaud" (615°C, 15min). Ainsi, même si le cycle thermique appliqué entre cette étude et celle de A. Buteri était théoriquement le même, il est probable que les températures effectives au niveau des éprouvettes aient été différentes.

Les variations de température dues à la régulation du four peuvent contribuer à expliquer cette différence. En effet, l'introduction d'une masse dans le four va entraîner une modification de la température à l'intérieur et donc une fluctuation autour de la consigne. Afin de limiter cet effet et aider à stabiliser la température, des leurres¹ sont introduits dans le four. Cependant, des variations de température autour de la consigne peuvent tout de même être observées durant le brasage comme le montre le graphique donné figure 5.4. Ces variations mesurées ne sont pas négligeables et peuvent entraîner des variations notables de microstructure malgré les précautions prises.

La microstructure est donc **très sensible aux détails du procédé**. Par conséquent, la transposition des éprouvettes obtenues dans les fours de prototypage pourrait être problématique. C'est pour s'affranchir au maximum de cette sensibilité que, dans cette thèse, les éprouvettes issues d'une même matière ont été brasées en même temps. Deux sessions de brasage ont néanmoins été nécessaires à la préparation de toutes les éprouvettes. Lors de la première

1. masses d'aciers

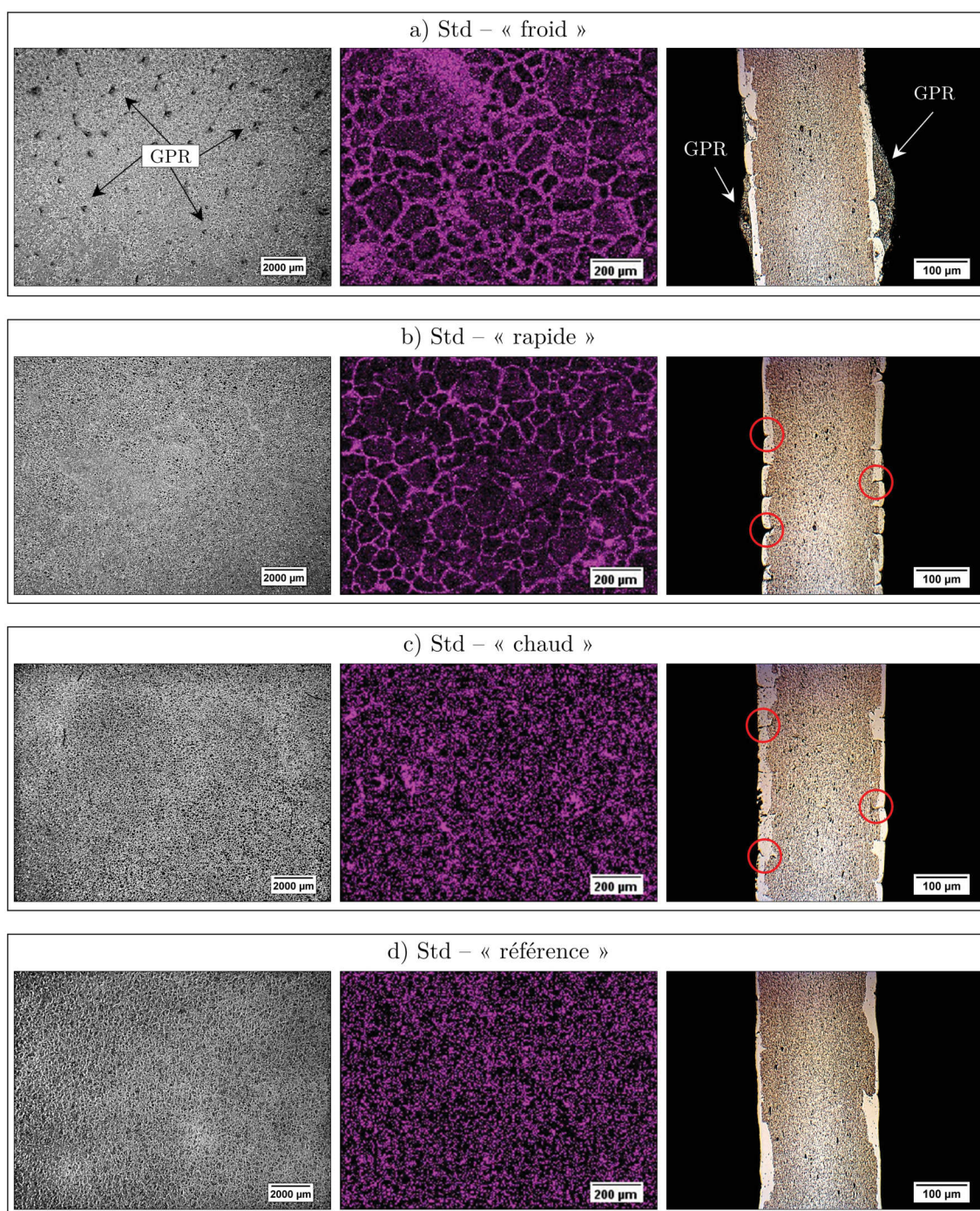


FIGURE 5.3 – Micrographies optiques et cartographies EDX du silicium montrant l'état de surface des tôles et micrographies optiques après attaque au réactif de Keller montrant la microstructure vue en coupe après a) le cycle de brasage "froid" à 580°C, b) le cycle de brasage "rapide" à 610°C, c) le cycle de brasage "chaud" à 615°C et d) le cycle de brasage de référence

session uniquement des éprouvettes de matière Std ont été brasées tandis que la seconde session a été consacrée au brasage des matières UC et MC. Afin de s’assurer que les conditions de brasage soient les mêmes, quelques éprouvettes de matière Std ont également été brasées lors de cette seconde session. Aucune différence n’a été observée entre les éprouvettes issues de ces deux sessions de brasage (voir l’annexe C). En tout état de cause, pour l’étude présentée ici, les conditions de brasage ont été identiques, les différences observées sont donc dues à des différences de microstructure.

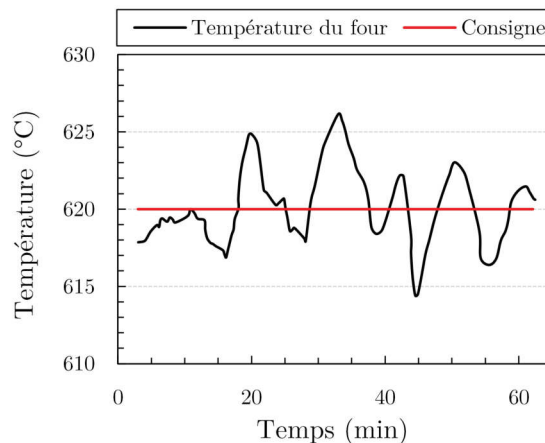


FIGURE 5.4 – Variation de la température mesurée à l’intérieur du four de brasage autour de la consigne réglée à 620°C

5.2 Scénario d’endommagement

5.2.1 Aspect des courbes de fatigue

Les courbes de fatigue obtenues pour les matières testées dans cette étude présentent une limite en fatigue à 10^6 cycles de l’ordre de 80% de la limite à rupture ce qui est très élevé lorsque l’on compare cette valeur à celle d’un alliage 5XXX testé dans des conditions similaires (limite en fatigue de l’ordre de 40% de la limite à rupture). Néanmoins, dans la littérature, certains matériaux présentent également une limite en fatigue à 10^6 de cet ordre de grandeur [LOR 15, DEH 16]. C’est par exemple le cas de l’alliage 1050 étudié par Lorenzino *et al.* [LOR 15] (figure 5.5). Cet alliage ayant une épaisseur de 4mm, (avec 3 à 4 grains dans l’épaisseur), et testé dans des conditions similaires (température ambiante, amplitude de contrainte constante, rapport de charge 0.1 et une fréquence comprise entre 75 et 100Hz) montre en effet une limite en fatigue à 10^6 cycles élevée.

La figure 5.5 présente également une comparaison des courbes de fatigue normalisées de la matière Std et d’éprouvettes polies en Fe-Si. Ces dernières, issus des travaux de Dehmani *et al.* sur l’influence du procédé de poinçonnage sur la tenue en fatigue à grand nombre de cycles de **tôles minces ferromagnétiques Fe-Si** [DEH 16] sont intéressantes car hormis leur limite à rupture plus élevée (environ 522MPa) elles possèdent des caractéristiques proches de la matière Std étudiée dans ce manuscrit. Ainsi ces tôles de Fe-Si, d’une épaisseur de $350\mu\text{m}$ présentent 3 à 4 grains dans l’épaisseur et un allongement à rupture de l’ordre de 20%. Par ailleurs, les essais

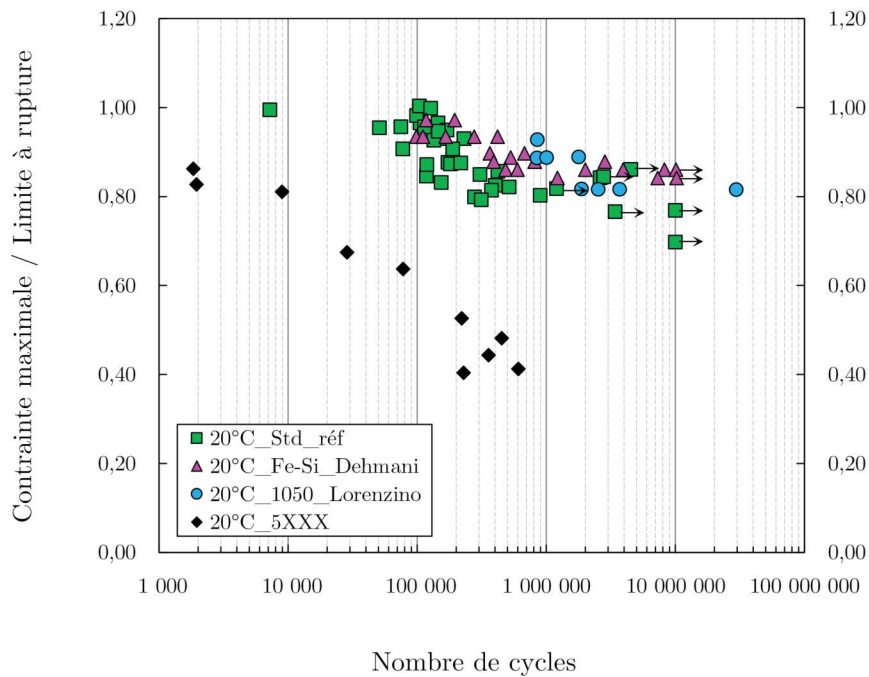


FIGURE 5.5 – Courbes de fatigue normalisées donnant le ratio de la contrainte de fatigue maximale sur la limite à rupture de chaque matière en fonction du nombre de cycles à rupture, et comparant le comportement de la matière Std brasée dans le cadre de cette étude (en vert, avec $R=0.1$, $\Delta\sigma = cte$, température ambiante et $f=10\text{Hz}$) et d'un alliage Fe-Si issu de la thèse de Dehmani [DEH 16] (en rose, avec $R=0.1$, $\Delta\sigma = cte$, température ambiante et $f=64\text{Hz}$)

de fatigue ont été réalisés dans des conditions similaires à celles utilisées pour la matière Std à savoir avec un rapport de charge $R=0.1$, à amplitude de contrainte constante et à température ambiante et à une fréquence de 64Hz. Dans le paragraphe suivant, le comportement mécanique des matières Std et Fe-Si sera comparé afin de trouver des caractéristiques communes pouvant expliquer leur bonne tenue en fatigue pour des niveaux de chargement élevés.

En étudiant l'allure de la force en fonction du déplacement pour un essai de fatigue réalisé à température ambiante sur une éprouvette de matière Std (contrainte maximale de 126MPa, soit 440N) un phénomène de rochet² est observé au début de l'essai (figure 5.6.a). Celui-ci prend place jusqu'au 1000^{ème} cycle puis se stabilise jusqu'à l'ouverture et la propagation d'une fissure à partir du 400000^{ème} cycle (voir également l'annexe D pour d'autres exemples). Pour rappel, la variation d'amplitude observée lors des 300 premiers cycles, est due à la montée progressive en charge réalisée jusqu'à la contrainte maximale en début d'essai (figure 2.6). L'alliage Fe-Si, a un comportement similaire à celui de la matière Std. La figure 5.6.b donnant la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie, montre qu'un phénomène de Rochet prend place durant les premiers cycles avant que les boucles contrainte-déformation ne se stabilisent. Par ailleurs, bien que la matière Fe-Si ait une limite d'élasticité bien supérieure à celle de la matière Std, toutes deux présentent un écrouissage très important et comparable, du moins dans les 5 premiers pourcents de déformation (figure 5.6.c). Cet important écrouissage pourrait être un des éléments expliquant la limite en fatigue à 10^6 cycles élevée qui caractérise la matière.

5.2.2 Amorçage

Dans les chapitres 3 et 4, il a été établi, pour les matières Std et MC, que les joints de grains sont fragilisés par la diffusion du placage résiduel ce qui entraîne des ruptures intergranulaires **lors du premier cycle de chargement**. Ces fissures ont une forme caractéristiques en "virgule" et sont arrêtées au niveau de la seconde couche de grain comme le montre le schéma, (figure 5.7), dans l'exemple de la matière Std.

Lors du premier cycle, comme nous venons de le voir, les matières étudiées dans ce manuscrit sont fortement écrouies (elles sont totalement recristallisées durant le brasage) et subissent une importante plastification. Ainsi, la figure 5.8 présente le cas d'une éprouvette de matière Std non polie testée à température ambiante pour une contrainte équivalente à 96% de la limite à rupture. La micrographie optique, après attaque au réactif de Keller, de l'une des fissures secondaires présente à la surface de cette éprouvette est donnée figure 5.8.a. En vis à vis de cette micrographie optique la carte EBSD-IPF-Y ainsi que la carte de désorientation (kernel 9x9) correspondantes sont données respectivement figure 5.8.b et 5.8.c. Il apparaît que les grains situés en pointe de fissure sont fortement déformés et présentent une désorientation pouvant aller jusqu'à 4° par endroit (entouré en blanc figure 5.8.c). Ces zones plastiques autour de la fissure pourraient largement contribuer à retarder le nouvel amorçage de la fissure.

Ces zones plastiques pourraient également expliquer pourquoi, après brasage, les ruptures d'éprouvettes observées avant 50 000 cycles sont très rares alors qu'avant brasage ces ruptures sont observées plus fréquemment (figure 3.14). En effet, lors du premier cycle, la matière brasée

2. Augmentation progressive de la déformation plastique à chaque cycle à contrainte imposée

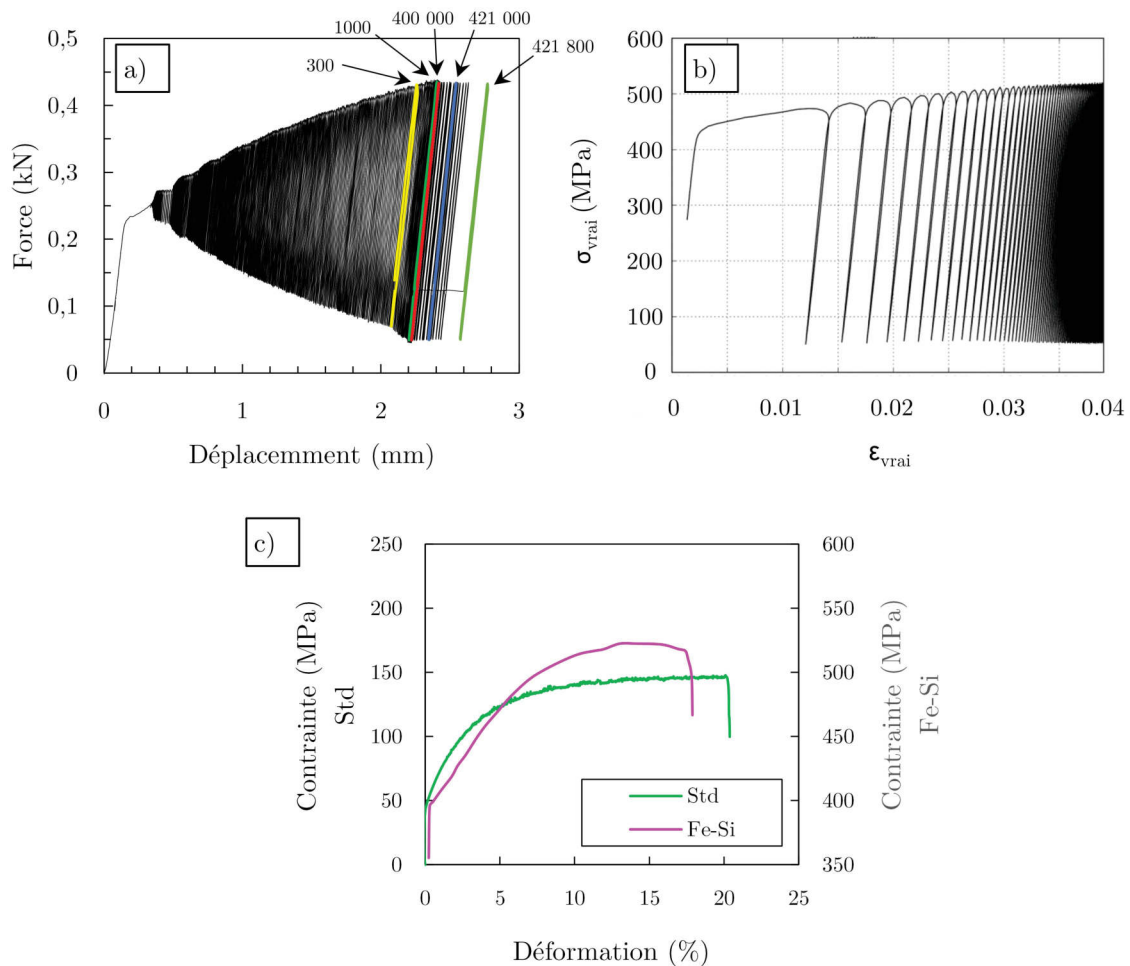


FIGURE 5.6 – a) Courbe donnant la force en fonction du déplacement lors d'un essai de fatigue à température ambiante sur la matière Std montrant un phénomène de rochet avant une stabilisation à partir du 1000^{ème} cycle, b) courbe contrainte vraie déformation vraie pour un alliage Fe-Si montrant qu'un phénomène de Rochet cyclique se manifeste en début d'essai et c) courbe de traction comparant l'écrrouissage entre la matière Std et la matière Fe-Si. Les données concernant l'alliage Fe-Si proviennent de Dehmani *et al.* [DEH 16]

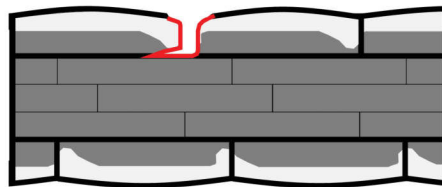


FIGURE 5.7 – Schéma représentant la formation d'une rupture en surface lors du premier cycle au niveau des joints de grains ainsi que sa forme caractéristique en virgule, dans l'exemple de la matière Std

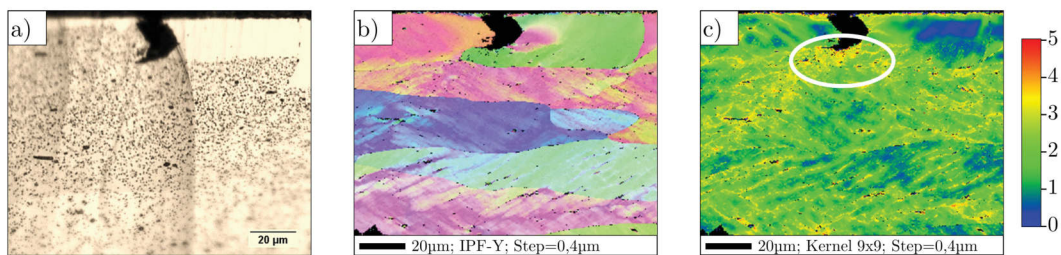


FIGURE 5.8 – a) Micrographie optique après attaque au réactif de Keller d'une fissure secondaire d'une éprouvette en matière Std non polie testée à température ambiante pour une contrainte équivalente à 96% de la limite à rupture b) carte EBSD-IPF-Y (pas $0,4\mu\text{m}$) et c) carte de désorientation (kernel 9x9) montrant une forte désorientation des grains en pointe de fissure (entouré en blanc)

est fortement écrouie, la contrainte maximale appliquée équivaut à presque trois fois la limite d'élasticité alors que dans le cas de la matière non-brasée, pour un niveau de chargement équivalent, la contrainte maximale appliquée est du même ordre de grandeur que la limite élastique (figure 3.14). Ainsi, les fissures amorçant dans la matière non-brasée ne sont pas "bloquées" par une importante zone plastique en pointe de fissure.

En plus de ce facteur mécanique, un facteur géométrique peut également venir allonger le temps d'incubation. En effet, lors du premier cycle, les fissures sont déviées dans la direction du chargement ce qui peut parfois entraîner une quasi-décohésion des grains de surface. En effet, du fait de la zone plastique autour de la fissure, cette dernière ne traverse pas la seconde couche de grain et est déviée dans le joint de grain. Un exemple de la décohésion d'un grain, après le premier cycle de chargement, est donné figure 5.9. Il s'agit d'une coupe tomographique issue de l'éprouvette ESRF-Std-NP-1 réalisée parallèlement à la surface suivant le plan XY (figure 5.9.a). Sur cette coupe, dans la zone encadrée en rouge, des joints de grains ont cassé perpendiculairement à la direction de chargement mais aussi parallèlement à celle-ci comme le montre la coupe réalisée dans le plan YZ (figure 5.9.b). En réalisant une projection dans le plan XY (figure 5.9.c) il apparaît que la fissure s'est propagée parallèlement au plan XY entraînant le début de la décohésion du grain.

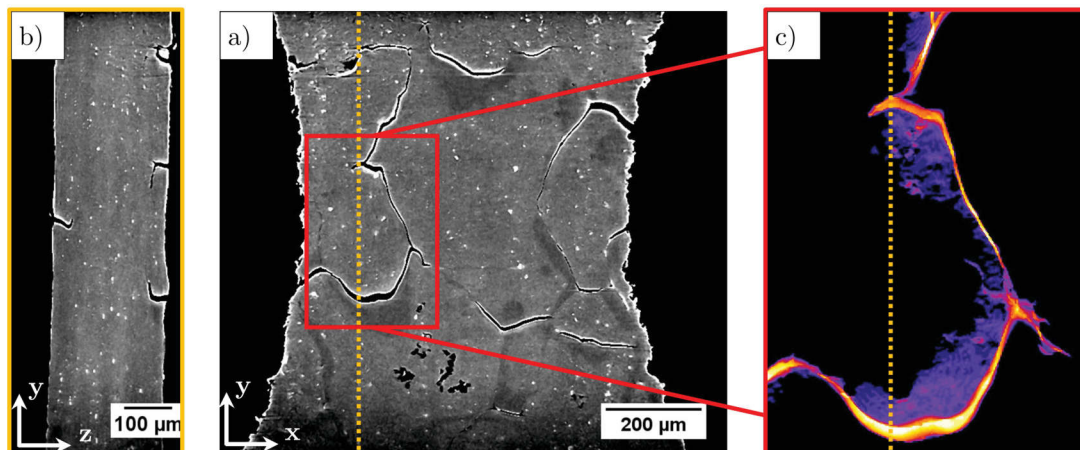


FIGURE 5.9 – Coupes tomographiques montrant la décohésion partielle d'un grain après le premier cycle de chargement. a) Coupe reconstruite après le premier cycle de l'éprouvette ESRF-Std-NP-1 suivant le plan XY parallèle à la surface, b) coupe réalisée suivant les pointillés jaunes dans le plan YZ et b) visualisation de la décohésion partielle d'un grain projetée selon le plan XY, la couleur orange correspond à la fissure en surface et le violet à la fissure sous la surface

Cette fissuration, parallèle à la direction de chargement, se rapproche du comportement observé sur certains composites. Ainsi en prenant l'exemple d'un alliage d'aluminium laminé sous forme d'un multicouches 7075/2024 (composé de 11 couches), Cepeda *et al.* montrent que cette structure augmente de beaucoup la ténacité par rapport aux matériaux massifs pris séparément (figure 5.10) [CEP 08]. Les auteurs expliquent l'augmentation de la ténacité par la déviation des fissures dues au délaminage entre couches (figure 5.10.c). Dans notre cas, bien que notre système soit différent, la décohésion des grains de surface à partir desquelles les fissures menant

à rupture doivent être amorcées pourrait contribuer, avec le fort taux d'écroûissage, à expliquer le "temps d'incubation" nécessaire avant qu'une fissure ne commence à se propager malgré la profondeur de la rupture intergranulaire.

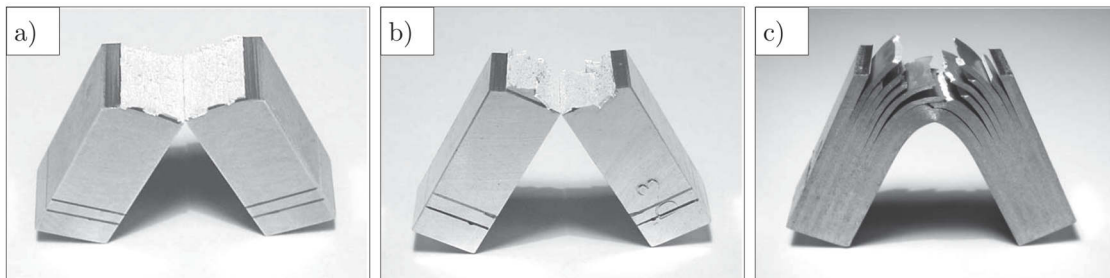


FIGURE 5.10 – Micrographies optique d'éprouvettes cassées après essais Charpy a) de l'alliage 2024 massif, b) de l'alliage 7075 massif, et c) du composite laminé 2024/7075 d'après [CEP 08]

Pour une résistance à la traction identique, la suppression de la couche en 4045 entraîne une large augmentation de la durée de vie en fatigue de la matière UC comparée à la matière Std (figure 4.5). Du fait de l'absence de placage résiduel, seuls quelques joints de grains cassent lors du premier cycle. Qui plus est, ces ruptures intergranulaires sont moins profondes et moins nombreuses que celles observées pour les matières Std ou MC. Additionnée au fort écroûissage de la matière UC, sa sensibilité à l'amorçage puis à la propagation d'une fissure est grandement réduite et explique ses meilleures propriétés de tenue en fatigue.

5.2.3 Propagation

Quelle que soit la configuration matière testée, il apparaît que la propagation représente environ 50% de la durée de vie des éprouvettes. Cette observation est différente de celles réalisées par Buteri *et al.* ainsi que Khal *et al.* [BUT 12, KAH 14] qui constatent que la propagation ne se produit que durant les derniers % de la durée de vie des éprouvettes, le temps d'amorçage contrôlant alors la durée de vie de celles-ci. Comme le montre par exemple les figures 3.22 et 3.23, la propagation en surface des fissures est en fait **très difficilement détectable** même après polissage. Leur ouverture, durant les premiers stades de la propagation, est inférieure au micron. C'est seulement en superposant les micrographies optiques d'une même région d'intérêt à différents nombres de cycles qu'une différence peut être détectée et ainsi révéler la propagation d'une fissure "a posteriori". Cette difficulté d'observation pourrait donc expliquer la différence du taux de propagation entre ce travail et celui de Buteri *et al.* et Kahl *et al.* (d'autant plus que ces auteurs ont travaillé sur des éprouvettes non polies).

Conclusion générale et perspectives

Les travaux présentés dans ce mémoire sont consacrés à l'étude du comportement en fatigue d'alliages d'aluminium colaminés utilisés pour la fabrication d'échangeurs thermiques automobiles brasés. L'effet des différentes couches constitutives de ces matières, ainsi que de la température, sur les mécanismes d'endommagement ont été étudiés.

Afin de découpler l'effet des différentes couches constitutives du matériau étudié sur les mécanismes d'endommagement, trois matières possédant des structures différentes ont été étudiées. La première (Std) est constituée de trois alliages [4045/3916/4045] (matière de référence dans ce travail), la seconde (UC) est constituée d'un unique alliage [3916] et enfin la dernière (MC) est constituée de 4 alliages [4045/3003/3916/4045]. Toutes ces matières, ont été brasées dans le but d'obtenir un état de surface et des propriétés mécaniques représentatives d'un échangeur thermique de série. Lors d'essais de fatigue uni-axiaux à amplitude de contrainte constante réalisés à température ambiante, mais aussi à -30°C et 120°C diverses techniques expérimentales de suivi de fissures 2D et 3D et de caractérisation de la microstructure, ont permis d'étudier les phases d'amorçage et de propagation des fissures. Ces différentes observations ont permis de clarifier les mécanismes d'endommagement conduisant à la rupture par fatigue et notamment, de pointer le rôle clé du placage résiduel (issu de la fusion du 4045).

Effet du brasage sur la microstructure

Les conditions de brasage sont déterminantes, ce sont elles qui vont conditionner la microstructure finale des matières ainsi que leur état de surface. Pour toute les matières de cette étude, lors du brasage, les grains de l'âme initialement allongés et aplatis (les matières sont à l'état H24) recristallisent et forment de plus gros grains en forme de "pancakes".

Dans le cas des matières Std et MC, le placage en 4045 présent à la surface fond lorsque la température atteint 577°C . Le silicium, contenu dans le placage, diffuse vers l'âme ce qui entraîne la diminution de sa température de fusion ; ceci permet au placage (liquide) de pénétrer dans l'âme et entraîne sa dissolution notamment au niveau des joints de grains. L'intercouche en 3003 présent dans l'alliage MC recristallise avec l'âme et le placage pénètre dans l'intercouche et l'âme. A la fin du brasage les grains des matières MC et Std situés à l'interface solide / liquide commence à croître par épitaxie avec une composition proche d'une solution solide Al-Si dont la composition varie entre 1%*m* et 1.5%*m*. Les grains ainsi formés ne présentent pas de discontinuité cristalline entre l'âme et le placage résiduel. Celui-ci ne présente aucun dispersoïde et possède une dureté supérieure à celle de l'âme. L'épaisseur moyenne de la couche de placage résiduel

est d'environ 5 à 10 μm mais des valeurs de plus de 30 μm (au niveau des joints de grains) ont été observées. La formation de ce placage résiduel et la dissolution de l'âme qu'il entraîne notamment au niveau des joints de grains est à la base des mécanismes d'endommagement des matières Std et MC.

Amorçage et propagation des fissures

Les matières MC et Std brasées présentent des tenues en fatigue similaires. Lors du premier cycle, les deux matières subissent une forte plastification qui se traduit par l'apparition d'un nombre important de bandes de glissement permanentes ainsi que par l'apparition d'un relief de surface due à la déformation plastique. Ces bandes de glissements sont accompagnées par l'apparition de nombreuses fissures en surface. Celles-ci sont distribuées de façon homogène sur chacune des faces des éprouvettes, et sont probablement dues à des incompatibilités de déformation ; elles apparaissent dans les joints de grains au niveau de l'interface entre le placage résiduel et l'âme. Les fissures s'ouvrent en mode I jusqu'à la seconde couche de grains où elles sont alors déviées parallèlement à la direction de sollicitation, donnant ainsi une forme caractéristique en virgule à ces ruptures intergranulaires.

A partir de ces nombreuses ruptures, plusieurs fissures de fatigue s'amorcent témoignant de la sensibilité des matières Std et MC à la multi-fissuration et ce après un temps d'incubation d'environ 50% de la durée de vie des éprouvettes. Ce temps d'amorçage relativement long, compte tenu de l'importance des ruptures intergranulaires et des forts niveau de chargement, provient de la déviation des fissures lors du premier cycle (assimilable à une délamination), mais surtout de la forte plastification en pointe de fissure qui retarde la nucléation d'une nouvelle fissure.

La propagation stable de la fissure, très difficilement détectable, se fait ensuite de façon intragranulaire tout d'abord dans l'épaisseur de l'éprouvette puis dans sa largeur jusqu'à ce que la réduction de section soit telle que la limite à rupture est atteinte entraînant la rupture brutale ductile de l'éprouvette.

Dans le cas de la matière MC, la présence de l'intercouche en 3003 ne modifie pas les mécanismes d'endommagement décrits ci-dessus : les fissures qui conduisent à la rupture des éprouvettes ont amorcé aussi bien à partir de la face comportant l'intercouche qu'à partir de la face opposée.

La matière UC, bien que présentant des propriétés mécaniques monotones identiques à celle de la matière Std, montre de bien meilleures propriétés cycliques. Ainsi, du fait de l'absence de placage résiduel, seuls quelques joints de grains rompent lors des premiers cycles. Ces ruptures intergranulaires, probablement dues à une incompatibilité de déformation plastique entre 2 grains d'orientation différentes, sont moins profondes, moins ouvertes et moins nombreuses que celles observées pour les matières Std et MC. La sensibilité de la matière UC à l'amorçage et à la multi-fissuration est ainsi réduit, ce qui contribue à expliquer ses meilleures propriétés de tenue en fatigue et confirme le rôle clé du placage résiduel dans les mécanismes d'endommagement.

La propagation d'une fissure, à partir de ces ruptures intergranulaires, s'effectue de façon transgranulaire, après environ 50% de la durée de vie en fatigue, jusqu'à la rupture brutale

ductile de l'éprouvette comme observé pour les matière Std et MC.

Quelle que soit la configuration matière, **la phase d'amorçage des fissures de fatigue se produit donc de façon intergranulaire**, tandis que **la phase de propagation stable des fissures s'effectue de façon transgranulaire** après un temps d'incubation d'environ 50% de la durée de vie des éprouvettes.

Effet de la température

Bien qu'ayant une influence non négligeable sur les propriétés de tenue à la traction et à la fatigue, il apparaît, après normalisation par les limites à ruptures, que la température ne modifie qu'assez peu la durée de vie en fatigue des matières Std et MC. Dans l'intervalle de température compris entre -30°C et 120°C , les mécanismes d'endommagement des matières Std et MC sont similaires à ceux observés à température ambiante. Cependant, des phénomènes de fluage commencent à se produire dès 120°C . Nos observations montrent qu'à 120°C les phénomènes de fluage ne sont pas encore prépondérants et ne changent cependant pas les mécanismes d'endommagement, ce qui risque de ne plus être le cas à plus haute température.

Perspectives

Cette étude a été réalisée dans le cas simple d'un chargement cyclique uniaxial à amplitude de contrainte imposée. Afin d'être plus représentatif des sollicitations que subissent les tubes de radiateur en service, notamment lors de chocs thermiques, il serait souhaitable de mettre en place des essais en déformation imposée. Des tentatives ont déjà été réalisées dans ce sens avec un chargement uniaxial. Néanmoins, du fait des très fines épaisseurs en jeux, les résultats obtenus ne sont pas très satisfaisants notamment à cause du flambement des éprouvettes malgré l'utilisation de raidisseurs. Afin de contourner ce problème une solution consisterait en la réalisation d'essais de flexions. Par ailleurs, ce travail ayant révélé que, dans la plage de température $[-30^{\circ}\text{C}, 120^{\circ}\text{C}]$ les mécanismes d'endommagement ne changent pas, ces essais pourront être réalisés essentiellement à température ambiante. Ceux-ci constitueraient alors une étape préliminaire avant, la mise en place, à terme, d'essai de fatigue en choc thermique sur éprouvette.

D'un point de vue matériau, c'est le placage en 4045 qui en pénétrant dans l'âme lors du brasage vient fragiliser la matière et diminuer ses propriétés de tenue à la fatigue. Si les mécanismes observés se confirment en déformation imposée, deux voies pourraient être explorées.

La première concerne les conditions de brasage. Ce sont ces dernières qui vont déterminer l'état de surface et la microstructure finale de la matière (présence de GPR si le cycle de brasage est trop "froid" par exemple). Afin de les optimiser et de limiter la pénétration du placage résiduel dans l'âme, une étude approfondie des microstructures obtenues en fonction des vitesses de montée en température et de refroidissement lors du brasage pourrait être menée (occurrence de la MFL, formation des composés intermétalliques dans les joints de grains..).

La seconde consiste à essayer de minimiser, autant que faire se peut, la quantité de placage sur les tubes. Bien entendu il ne s'agit pas de supprimer totalement le 4045 mais de trouver un

optimum afin de garantir une bonne brasabilité des composants tout en réduisant la quantité de placage non utilisé dans la formation des joints. Une stratégie pourrait d'ailleurs consister à diminuer la quantité de métal d'apport apportée par les tubes et d'augmenter la quantité de placage apportée par les intercalaires et le collecteur.

Par ailleurs, la laminographie de laboratoire s'avère être une technique viable pour le suivi de fissuration ex-situ d'échantillons "macroscopiques". Cette technique, complémentaire d'un suivi optique, permet notamment de s'affranchir du polissage des éprouvettes et de détecter en volume l'endommagement. Des essais de fatigue suivis de façon in situ en tomographie de laboratoire pourraient être développés et permettraient, à l'aide d'une machine de fatigue adéquate, l'acquisition de scans à haute résolution.

Enfin, une étude en plasticité cristalline pourrait également être menée afin d'avoir une meilleure compréhension du mécanisme d'ouverture des fissures lors du premier cycle et de leur déviation par la seconde couche de grains. Cette étude pourrait être menée à partir des données recueillies lors d'essais de fatigue in-situ au synchrotron (ESRF) permettant l'acquisition, à l'état initial, de la structure cristalline 3D de l'échantillon par DCT (Diffraction Contrast Tomography) puis de faire un suivi de fissuration en tomographie X.

Annexe A

Complément chapitre 3

Comme énoncé dans le chapitre 3, le choix a été fait d'illustrer les mécanismes observés sur l'ensemble des éprouvettes Std à partir des échantillons les plus marquants. Dans cette annexe, des exemples issus d'éprouvettes partiellement décrites dans le chapitre 3 sont présentés. Le tableau A.1, synthétise les différentes observations réalisées sur les éprouvettes de matière Std à température ambiante et le tableau A.2 regroupe les caractéristiques des différentes éprouvettes étudiées par fractographie. .

La figure A.1.a montre l'état de surface observable sur toute la largeur de l'éprouvette Std-P-02 après polissage et avant le premier cycle. Comme observé dans le chapitre 3, après le premier cycle, un relief de surface apparaît en raison de la forte déformation plastique (figure A.1.b). La figure A.1.c montre, à plus fort grossissement l'état de surface initial, après attaque au réactif de Keller de l'éprouvette Std-P-07. Après le premier cycle, (figure A.1.d), de nombreuses bandes de glissement permanentes sont observées accompagnées de nombreuses fissures en surface (entourées en rouge).

Les observations réalisées sur les tranches polies de l'éprouvette Std-P-08, (figure A.2), sont similaires à celles réalisées sur l'éprouvette Std-P-00, (figure 3.18). En effet, il apparaît que la fissure amorce sur l'une des faces de l'échantillon (et non pas depuis la tranche) et se propage, dans un premier temps, dans l'épaisseur, (figure A.2.c) puis dans la largeur de l'éprouvette (figure A.2.d).

Un exemple de propagation d'une fissure à partir d'un joint de grain rompu lors du premier cycle sur l'une des faces de l'éprouvette Std-P-01 est donné figure A.3. Comme observé sur les deux fissures de l'éprouvette Std-P-05 (figure 3.22 et 3.23) la propagation de la fissure intervient après un temps d'incubation d'environ 50% de la durée de vie de l'éprouvette.

Ces mécanismes se retrouvent également sur les essais réalisés à plus faible contrainte. Comme le montre le cas de l'éprouvette Std-NP-02 (102MPa, $\Sigma_R = 0.70$, non rompu après 10 000 000 cycles) ou des joints de grains rompus sont observés après essais (figure A.4).

Les faciès de rupture des éprouvettes présentés tableau A.2 sont montrées à la figure A.5. Sur chacun de ces faciès une zone d'amorce intergranulaire est observée. Celle-ci se situe sur l'une des faces de l'éprouvette et dans la grande majorité des cas proche d'un de ses coins.

Nom	Bandes de glissement persistantes au premier cycle	Amorçage intergranulaire dans le placage résiduel	Nombre de fissures observées	Détection propagation (N cycle)	Ratio entre nombre de cycles de propagation et durée de vie (Np/Nf)
Std-P-00*	Oui	NA	1	NA	NA
Std-P-01	Oui	Oui	2	[75 000-100 000] pour f1 et f2	[40-55]%
Std-P-02	Oui	Oui	0	NA	NA
Std-P-03	Oui	Oui	2	[80 000-100 000] pour f1 et f2	[42-54]%
Std-P-04	Oui	Oui	1	NA	NA
Std-P-05	Oui	Oui	3	[75000 - 100000] pour f2	[41-56]% pour f2
Std-P-06	NA	NA	0	NA	NA
Std-P-07	Oui	Oui	0	NA	NA
Std-P-08*	Oui	NA	1	NA	NA
Std-NP-01	NA	NA	NA	NA	NA
Std-NP-02	Oui	Oui	NA	NA	NA

TABLE A.1 – Synthèse des observations réalisées sur les éprouvettes de matière Std (après brasage) à température ambiante. Les éprouvettes avec le symbole * n'ont été polies que sur la tranche

Nom	Charge (MPa)	Σ_R	g Nb de cycles	Amorce intergranulaire observée
Std-NP-02	141	0.96	74 522	oui
Std-NP-03	130	0.88	187 854	oui
Std-NP-04	121	0.82	515 503	oui
Std-NP-05	121	0.82	402 096	oui
Std-P-08	128	0.87	80 100	oui

TABLE A.2 – Conditions expérimentales de cyclage pour les différentes éprouvettes de matière Std (après brasage) à température ambiante étudiées par fractographie

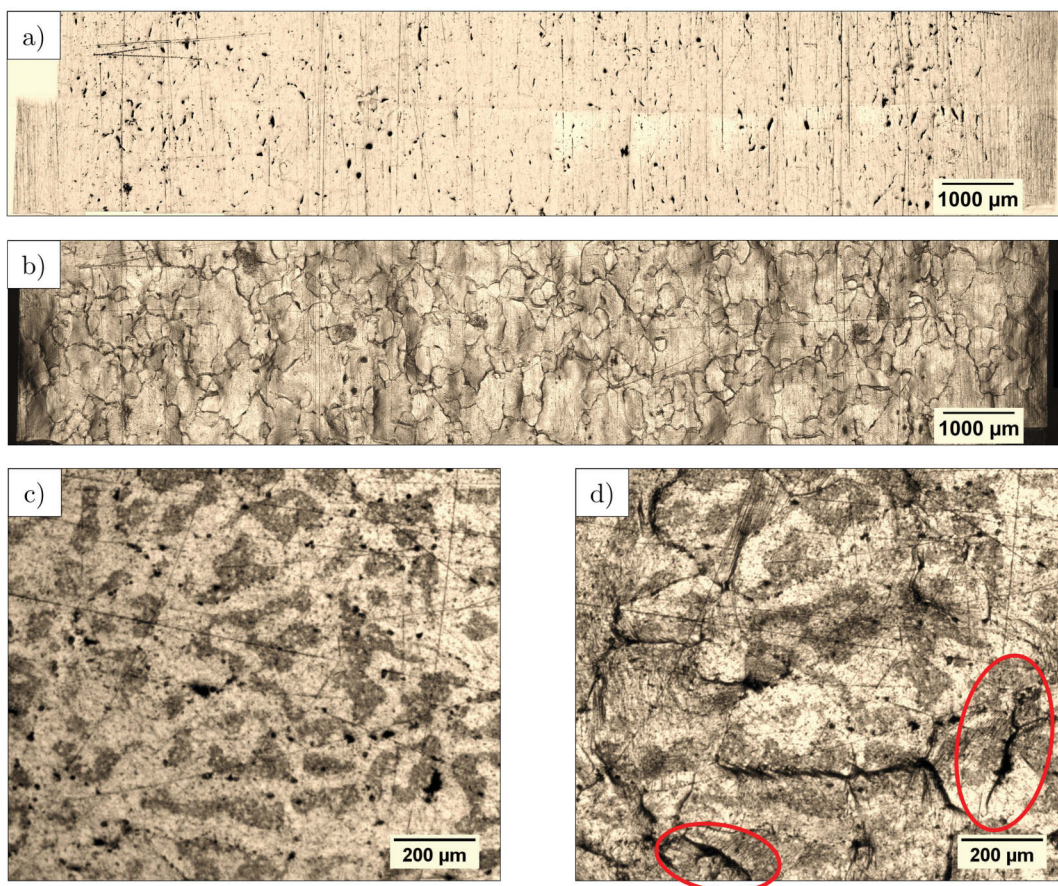


FIGURE A.1 – Micrographies optiques donnant l'état de surface de l'éprouvette Std -P-02 a) état initial et b) après le premier cycle. État de surface de l'éprouvette Std-P-07 (après attaque au réactif de Keller) a) état initial et b) après le premier cycle. Les fissures apparaissant au premier cycle sont entourées rouge

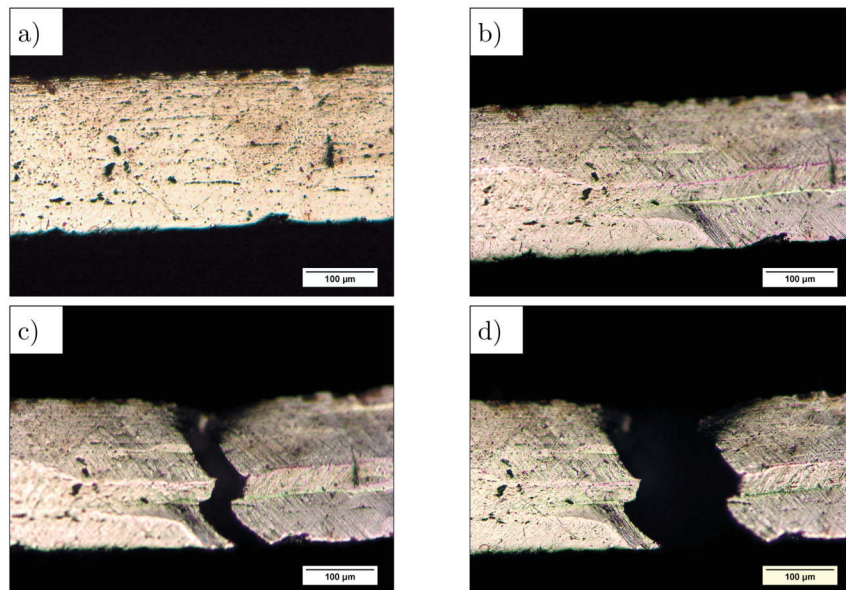


FIGURE A.2 – Micrographies optiques de la tranche polie de l'éprouvette de fatigue Std-P-08 au cours d'un essai de fatigue. La même zone a été observée a) à l'état initial, b) après 50 000 cycles, c) après 75 000 cycles, et d) après 80 000 cycles

Comme pour l'éprouvette ESRF-Std-NP-01 (figure 3.32), en réalisant des opérations de seuillage à l'aide du logiciel ImageJ, il est possible d'extraire les informations de volume des différents scans et notamment les fissures. La figure A.6 montre à différents stades de propagation, le contour de l'éprouvette ESRF-STD-NP-02 (en gris) ainsi que les fissures (en rouge) vues depuis une des faces de l'échantillon ou selon un plan perpendiculaire à la contrainte. La fissure commence à se propager après environ 1 400 000 cycles (figure 3.32). Ces observations sont donc similaires à celles réalisées sur l'éprouvette ESRF-Std-NP-01. A noter toutefois que suite à une dérive de la force, le début de l'essai a été réalisé à une force inférieure à 23N. Celle-ci a donc dû être augmentée à deux reprises, une fois après 1 100 000 cycles puis une seconde fois après 1 305 000 cycles ce qui explique le nombre important de cycles à rupture que présente cette éprouvette.

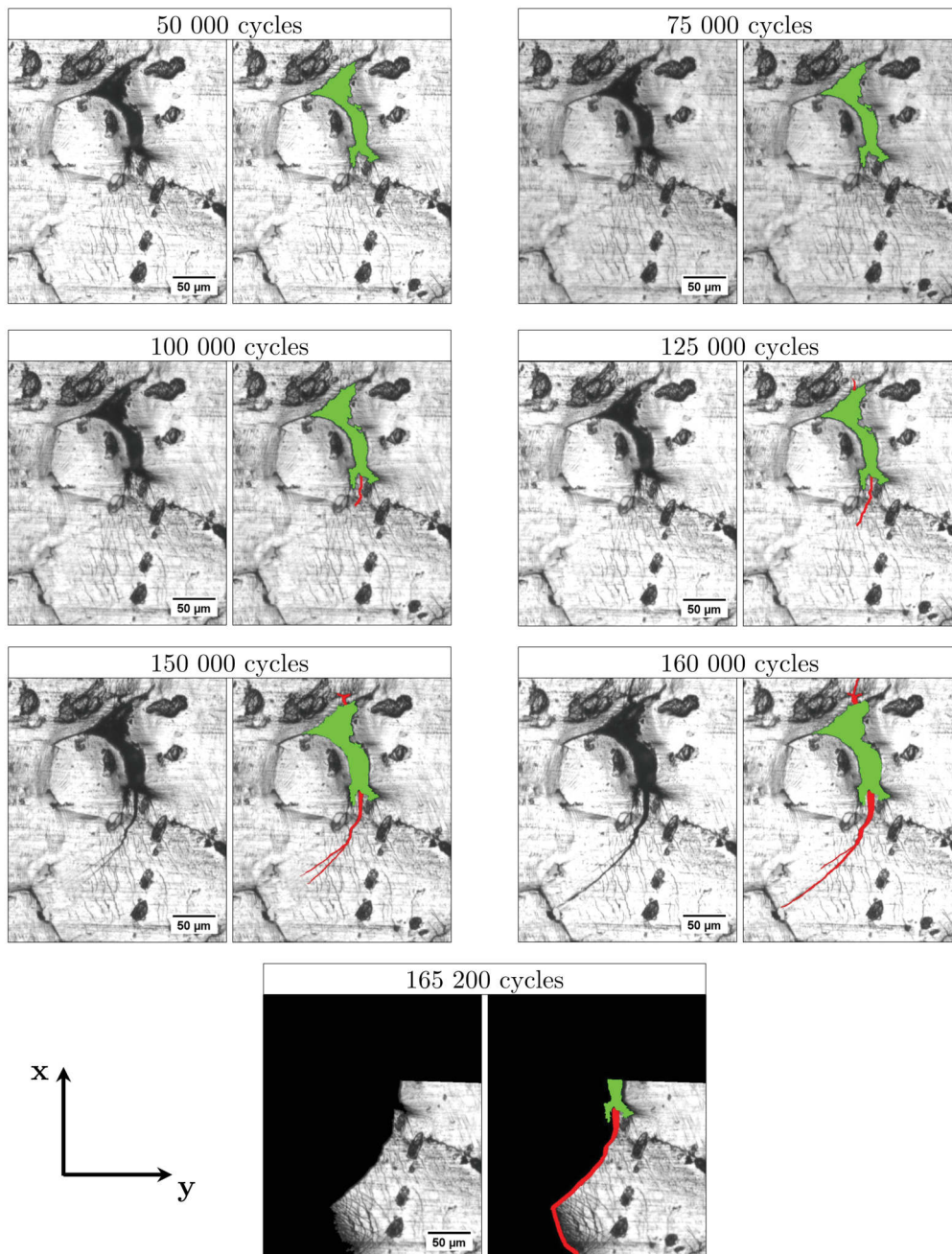


FIGURE A.3 – Micrographies optiques et représentation schématique de la fissure Std-P-01-f1 sur l’une des faces de l’éprouvette Std-P-01 au cours d’un essai de fatigue à température ambiante. Un joint de grains rompu montrant une forte ouverture (en vert sur les représentations schématiques) est observé après un cycle de chargement. La propagation, après un temps d’incubation (entre environ 45% et 60% de la durée de vie), d’une fissure depuis ce joint rompu est indiquée en rouge sur les vues schématiques. Les tâches noires correspondent à un défaut de polissage et le chargement s’effectue suivant l’axe y

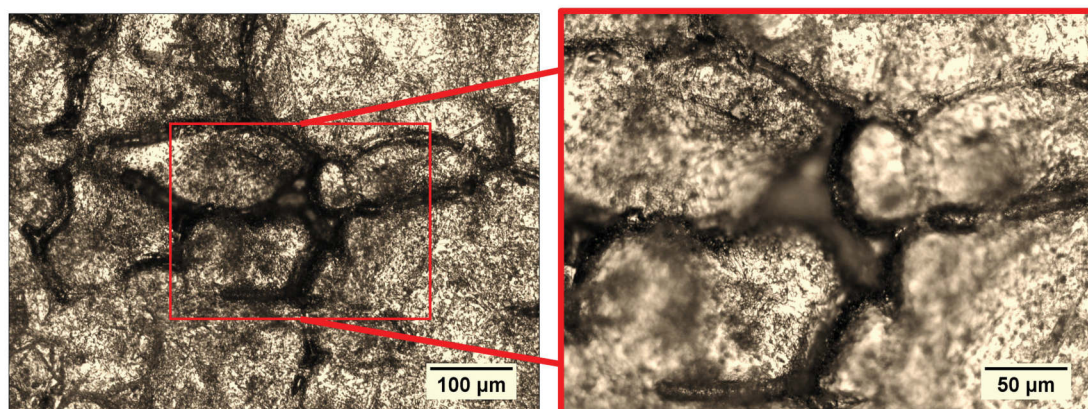


FIGURE A.4 – Micrographies optiques montrant un joint de grain rompu à la surface de l'éprouvette Std-NP-02 non rompue après 10 000 000 de cycles

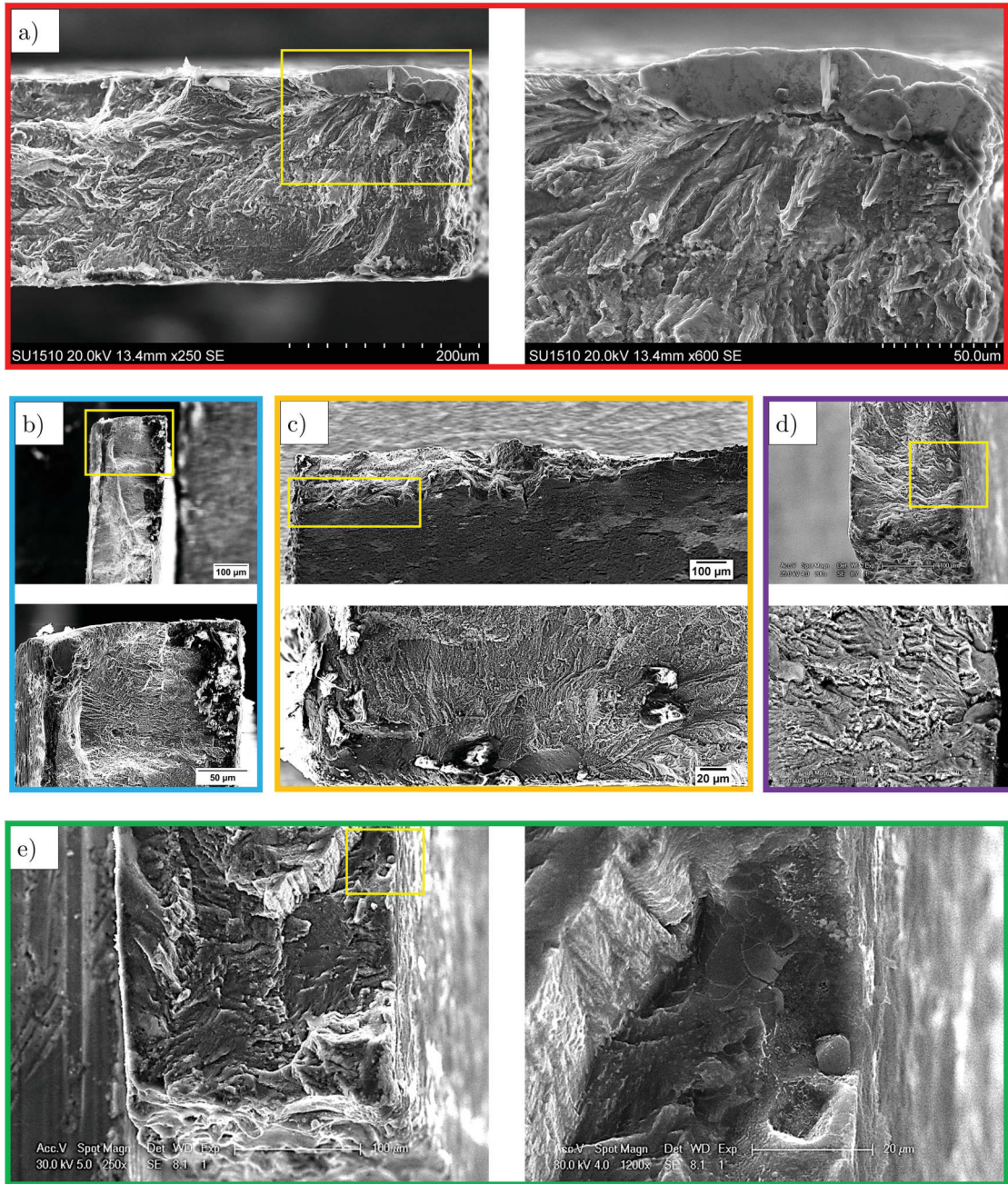


FIGURE A.5 – Fractographies montrant les faciès de rupture à température ambiante des éprouvettes a) Std-NP-02 b) Std-P-08 c) Std-NP-05 d) Std-NP-03 et e) Std-NP-04. Pour chaque éprouvette une vue générale du faciès ainsi qu'un agrandissement centré sur la zone d'amorce intergranulaire est donnée (rectangles jaunes)

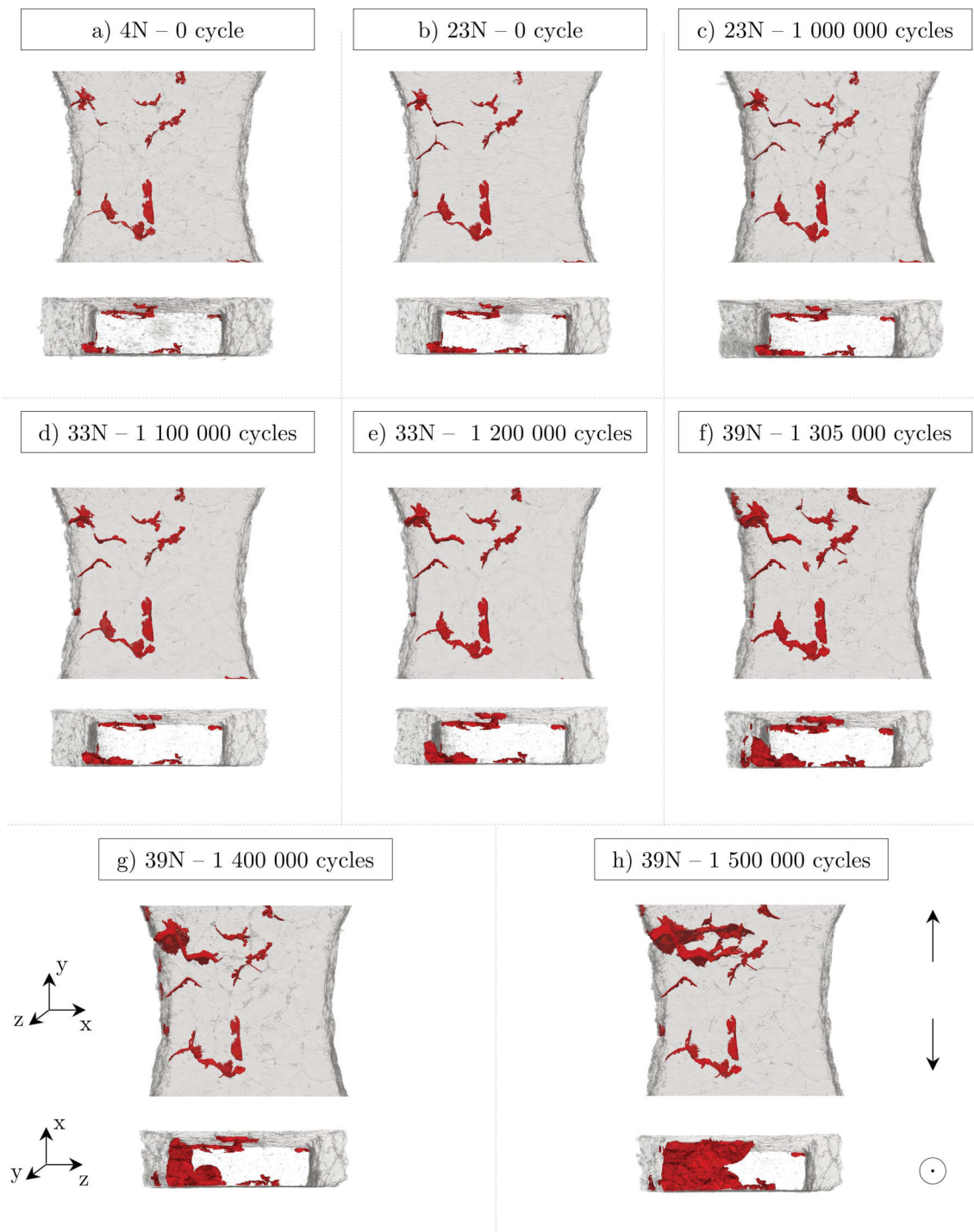


FIGURE A.6 – Visualisation 3D montrant la propagation des fissures vue de face et selon un plan perpendiculaire à l'axe de chargement de l'éprouvette ESRF-Std-NP-02 après- a) 0 cycle à 4N, b) 0 cycle à 23N, c) 1 000 000 cycles à 23N, d) 1 100 000 cycles à 33N, e) 120 000 cycles à 33N, f) 1 305 000 cycles à 39N, g) 1 400 000 cycles à 39N et h) 1 500 000 cycles à 39N. Taille de voxel $0.7\mu\text{m}$

Annexe B

Brasage d'éprouvettes sans flux

Dans ce travail de thèse, les matières étant livrées à l'état H24, il est nécessaire d'effectuer un traitement thermique similaire à un brasage sous flux Nocolok afin d'obtenir une microstructure et des propriétés mécaniques représentatives de celles d'un tube d'échangeur brasé. Ainsi, sur toutes les éprouvettes (MC et Std), une quantité de 5g/m^2 de flux de brasage a été appliquée par aspersion (sur chacune des deux faces).

Dans la littérature, de nombreuses études sont consacrées à l'effet du flux et de ces résidus sur les phénomènes de corrosion [JEF 07, YAN 06]. En revanche, à notre connaissance, l'impact de ces résidus de flux sur la tenue mécanique n'a jamais été étudié. Or la quantité de flux utilisée est, avec l'homogénéité en température des fours de prototypage utilisés, l'une des hypothèses de A. Butéri pour expliquer les différences de tailles observées entre les Gouttes de Placage Résiduels (GPR) issues de deux sessions de brasage différentes [BUT 12].

Afin de déterminer si le flux peut avoir une influence dans la formation des GPR et donc sur la tenue en fatigue des éprouvettes, une dizaine de tôles de matières Std ne présentant pas de flux à leurs surfaces ont été brasées en même temps que des tôles avec flux. La figure B.1.a montre l'état de surface d'une de ces tôles. Après comparaison avec une tôle brasée avec flux, (figure B.1.c), il s'avère que l'état de surface de ces deux tôles est similaire et aucune GPR ne s'est formée. Dans l'épaisseur, les microstructures sont également similaires (figure B.1.b et B.1.d). Dans les deux cas le placage résiduel a dissous l'âme avec, localement, une pénétration jusqu'à $35\mu\text{m}$.

Des essais de fatigue ont été réalisés sur la matière Std brasée sans flux. Les résultats, comparés à la matière Std brasée avec flux, sont donnés figure B.2. Les essais de fatigue sur les éprouvettes brasées sans flux se superposent parfaitement aux essais réalisés sur les éprouvettes brasées avec flux.

En se basant sur ces résultats, il apparaît donc que le flux n'a pas d'influence sur les propriétés de fatigue.

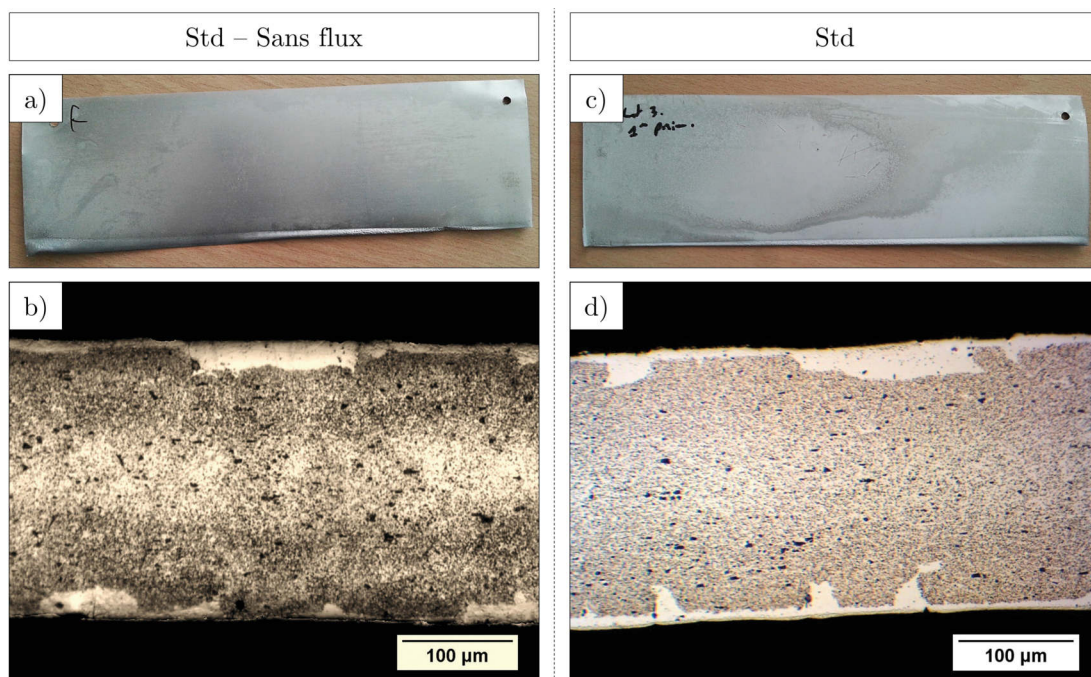


FIGURE B.1 – Photographies comparant l'aspect de surface d'une tôle de matière Std brasées sans flux (a) et avec flux (c) et micrographies optiques après attaque au réactif de Keller vue en coupe de la matière Std brasée sans flux (b) et avec flux (d). Dans les deux cas les matières ont un aspect similaire

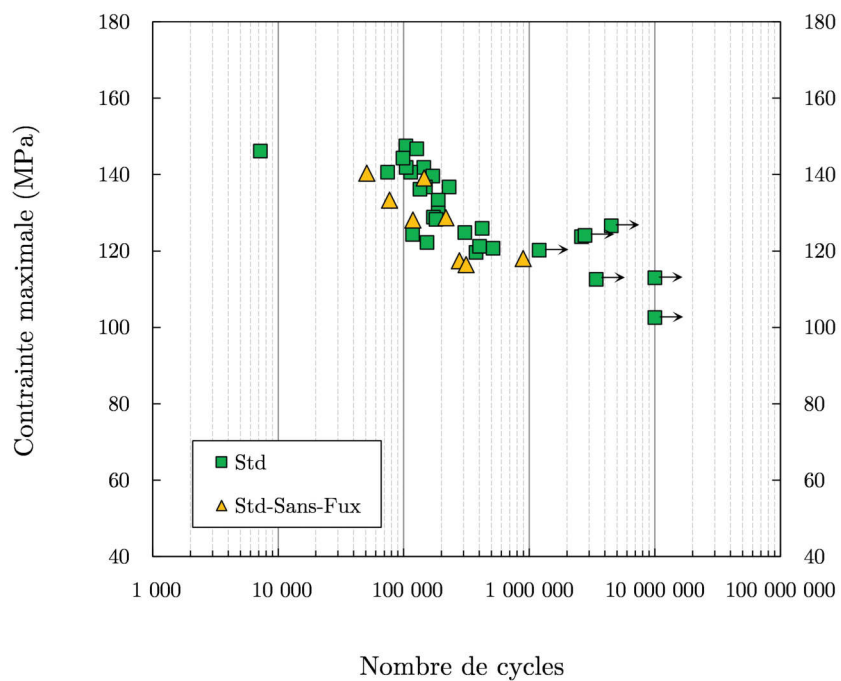


FIGURE B.2 – Courbes de fatigue à température ambiante donnant la contrainte maximale (en MPa) en fonction du nombre de cycles à rupture pour les matières Std brasées *avec flux* (en vert) et Std brasées *sans flux* (en orange). Les points avec les flèches représentent les éprouvettes non rompues ($R=0.1$, $\Delta\sigma = cte$, température ambiante et $f=10\text{Hz}$)

Influence de la session de brasage sur le comportement en fatigue

Dans ce travail de thèse deux sessions de brasage ont été nécessaires à la préparation de l'ensemble des éprouvettes. La première session a permis de fabriquer exclusivement la matière Std, tandis que la seconde session de brasage a permis de fabriquer les matières UC et MC. Néanmoins afin de s'assurer que les conditions de brasage étaient reproductibles entre les deux sessions, quelques éprouvettes de matière Std ont également été brasées avec les éprouvettes des matières UC et MC lors de la 2nd session.

La figure C.1 présente les micrographies optiques vues en coupe après attaque au réactif de Keller des éprouvettes Std issues de la première session de brasage (figure C.1.a) et de la seconde session de brasage (figure C.1.b.). Aucune différence n'a été observée, ces deux lots montrent un état de surface similaire et une dissolution par le placage résiduel du même ordre de grandeur (environ $35\mu\text{m}$).

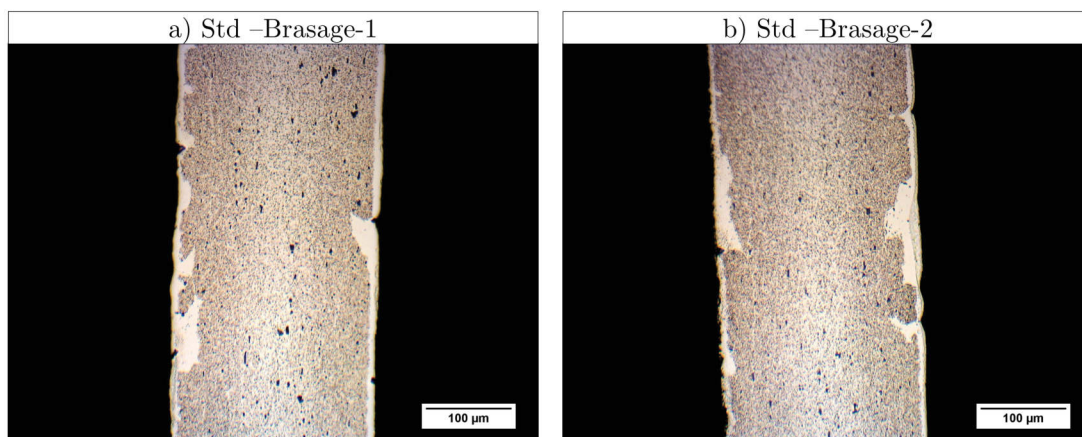


FIGURE C.1 – Micrographies optiques après attaque au réactif de Keller comparant la microstructure d'une éprouvette de matière Std issues de a) la première session de brasage et b) de la seconde session de brasage

Des essais de fatigue ont également été réalisés sur les éprouvettes de matière Std issues du second lot de brasage. Les résultats, comparés à la matière Std issus du premier lot de brasage, sont donnés figure C.2. Les deux séries d'essais se superposent parfaitement.

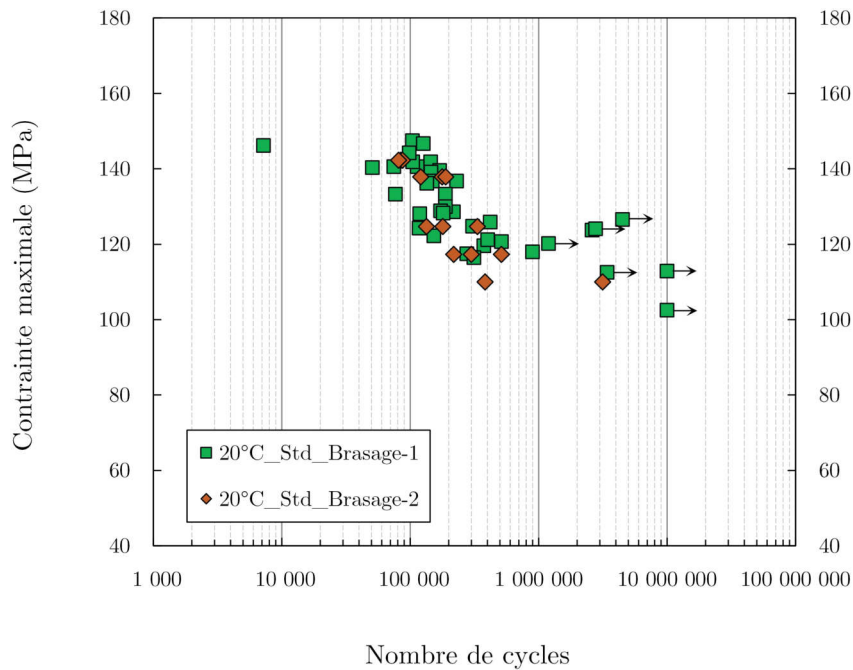


FIGURE C.2 – Courbes de fatigue à température ambiante donnant la contrainte maximale (en MPa) en fonction du nombre de cycles à rupture pour les matières : Std issues de la 1^{ère} session de brasage (en vert) et Std issues de la 2^{nde} session de brasage (en orange). Les points avec les flèches représentent les éprouvettes non rompues ($R=0.1$, $\Delta\sigma = cte$, température ambiante et $f=10\text{Hz}$)

En se basant sur ces essais de fatigue et analyses microstructurales, il apparaît que les conditions de brasage ont été identiques pour l'ensemble des matières étudiées et que les résultats obtenus dans cette étude sur les différentes matières (Std, MC et UC) sont donc comparables entre eux.

Annexe D

Courbes Force-déplacement

Cette annexe présente l'allure des courbes force-déplacement issues de différents essais de fatigue réalisés sur la matière UC et Std. Pour rappel, une montée en charge progressive est réalisée jusqu'à la contrainte maximale en début d'essai lors des 300 premiers cycles ce qui explique la variation d'amplitude observée (figure 2.6).

La figure D.1.a donne la courbe force-déplacement de la matière UC. Un fort phénomène de rochet est observé entre le début de l'essai le 1000^{ème} cycle. Cette importante déformation est à mettre en relation avec le fort niveau de contrainte appliqué (99% de la limite à rupture). De même, la figure D.1.b donne l'allure de la courbe force-déplacement de la matière Std à température ambiante. Cette courbe correspond à celle donnée chapitre 5 (les cycles correspondant à l'ouverture et la propagation d'une fissure ne sont pas représentés). Le phénomène de rochet est observé au début de l'essai et prend place jusqu'au 1000^{ème} cycle puis se stabilise. Les mêmes observations sont réalisées figure D.1.d pour la matière Std testée à -30°C.

En revanche dans le cas de la matière Std Non brasée (figure D.1.c) ce phénomène n'est pas observé et peut être expliqué par le fait que pour cet essai les chargements appliqués sont en dessous de la limite élastique.

Dans le cas de la matière Std testée à 120°C un important phénomène de rochet est observé et ne se stabilise pas durant l'essai, (figure D.1.e), probablement en raison des phénomènes de fluage intervenant dès 120°C.

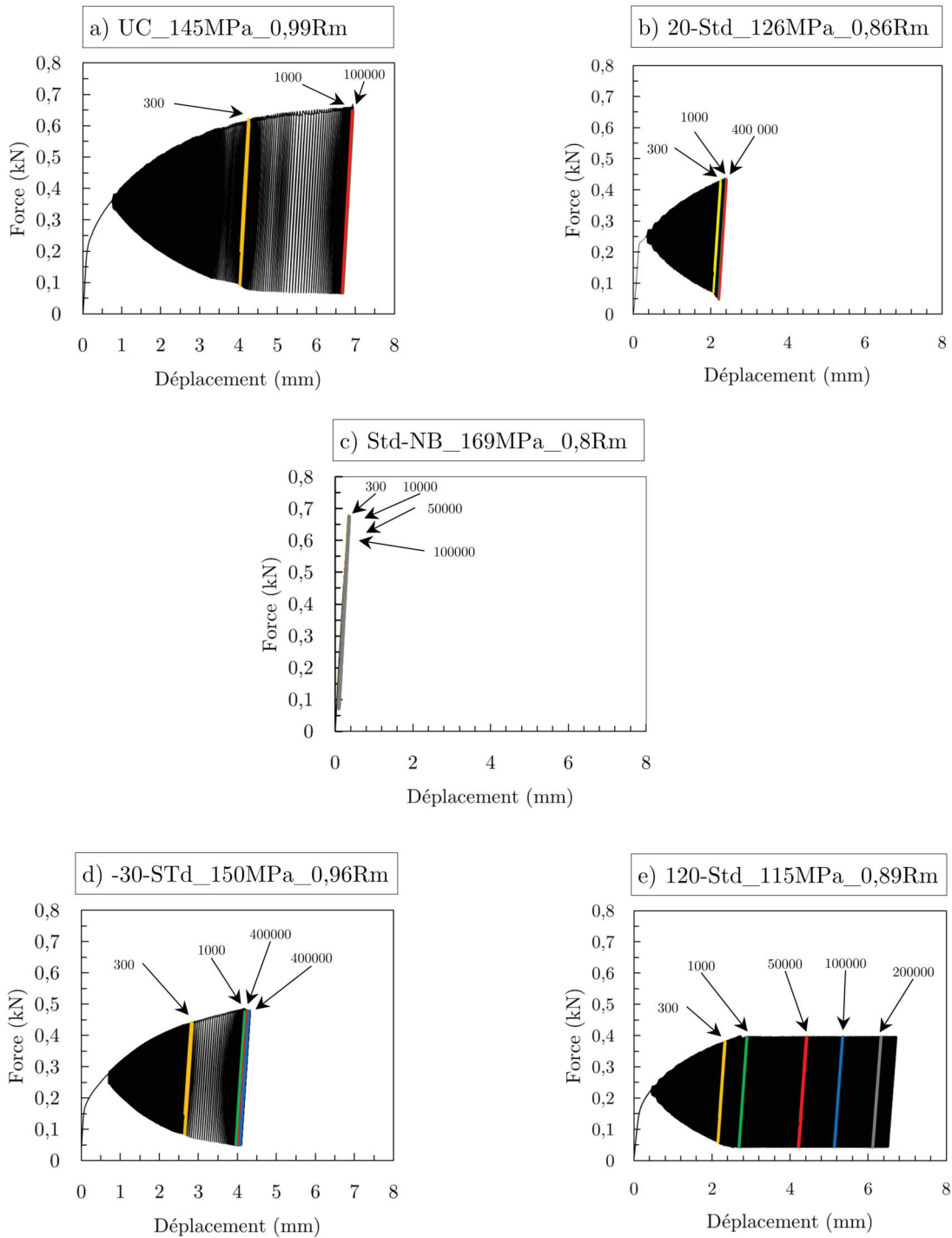


FIGURE D.1 – Courbe donnant la force en fonction du déplacement lors d'essais a) sur matière UC à température ambiante, b) matière Std-NB à température ambiante, c) matière Std à température ambiante, d) matière Std à -30°C et e) matière Std à 120°C

Références bibliographiques

- [AFS 13] AFSHAR F. N., GLENN A. M., DE WIT J. H. W., TERRY H., MOL J. M. C.
A combined electron probe micro analysis and scanning Kelvin probe force microscopy study of a modified AA4xxx/AA3xxx aluminium brazing sheet. *Electrochimica Acta*, vol. 104, 2013, p. 48–63.
- [ALB 10] ALBOU A., DRIVER J., MAURICE C.
Microband evolution during large plastic strains of stable $\{110\}\langle 112 \rangle$ Al and Al-Mn crystals. *Acta Materialia*, vol. 58, n° 8, 2010, p. 3022–3034.
- [ALE 02a] ALEXANDER D. T. L., GREER A. L.
Solid-state intermetallic phase transformations in 3XXX aluminium alloys. *Acta Materialia*, vol. 50, n° 10, 2002, p. 2571–2583.
- [ALE 02b] ALEXANDER D. T., HAMERTON R., CAMA H., GREER A.
Investigating the Alpha Transformation-A Solid-State Phase change of Dispersed Intermetallic Particles from an Al₆(Fe, Mn) Phase to an α -Al-(Fe, Mn)-Si Phase. *Light metals*, vol. 2002, 2002, p. 771–776.
- [ALE 04] ALEXANDER D. T. L., GREER A. L.
Nucleation of the Al₆(Fe, Mn)-to- α -Al-(Fe, Mn)-Si transformation in 3XXX aluminium alloys. II. Transformation in cast aluminium alloys. *Philosophical Magazine*, vol. 84, n° 28, 2004, p. 3071–3083.
- [ASM 90] ASM
Asm Handbook : Properties and Selection : Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials (Asm Handbook) VOL. 2. 1990.
- [AST 11] ASTM
Standard Practice for Modified Salt Spray (Fog) Testing ASTM-G85. , 2011, ASTM International West Conshohocken, PA.
- [BAT 08] BATHIAS C., PINEAU A.
Fatigue des matériaux et des structures : Tome 1, Introduction, endurance, amorçage et propagation des fissures, fatigue oligocyclique et gigacyclique. Paris, 2008.
- [BEN 98] BENEDICTUS R., MEIJERS S., WITTEBROOD A., DE WIT J.
Influence of Alloying Additions on Corrosion Behavior of Aluminum Brazing Sheet. *Proc. 6th Int. Conf. on Aluminum Alloys (Tokyo, Japan : The Japan Institute of Light Metals, 1998)*, 1998.
- [BEN 06] BENEDICTUS R., NL, KEIDEL C. J., DE, WEBER G., DE, HASZLER A. J. P., DE
United States Patent : 6994760 - Method of producing a high strength balanced Al-Mg-Si alloy and a weldable product of that alloy. , n° 6994760, 2006.

- [BER 70] BERGSTRÖM Y.
 A dislocation model for the stress-strain behaviour of polycrystalline α -Fe with special emphasis on the variation of the densities of mobile and immobile dislocations. *Materials Science and Engineering*, vol. 5, n° 4, 1970, p. 193–200, Elsevier.
- [BOL 97] BOLINGBROKE R. K., GRAY A., LAUZON D.
 Optimisation of Nocolok(TM) Brazing Conditions for Higher Strength Brazing Sheet. 1997.
- [BON 16] BONATO M., GOGUE P.
 Methods for analysis and comparison of automotive vibration tests. *2016 Annual Reliability and Maintainability Symposium (RAMS)*, 2016, p. 1–6.
- [BOR 14] BORDO K., AMBAT R., PEGUET L., AFSETH A.
 Electrochemical profiling of multi-clad aluminium sheets used in automotive heat exchangers. *European Corrosion Congress, EuroCorr 2014*, 2014.
- [BOY 85] BOYER H. E.
Atlas of Fatigue Curves. 1985.
- [BUF 10] BUFFIERE J.-Y., MAIRE E., ADRIEN J., MASSE J.-P., BOLLER E.
 In Situ Experiments with X ray Tomography : an Attractive Tool for Experimental Mechanics. *Experimental Mechanics*, vol. 50, n° 3, 2010, p. 289–305.
- [BUF 14] BUFFIÈRE J., MAIRE E.
Imagerie 3D en mécanique des matériaux. Paris : Lavoisier, 2014.
- [BUT 11] BUTERI A., BUFFIÈRE J.-Y., RÉTHORÉ J., FABRÈGUE D., PERRIN E., HENRY S.
 Fatigue mechanisms of brazed Al-Mn alloys used in heat exchangers. PROULX T., Ed., *Optical Measurements, Modeling, and Metrology, Volume 5*, Conference Proceedings of the Society for Experimental Mechanics Series, p. 63–67 2011.
- [BUT 12] BUTERI A., BUFFIERE J.-Y., FABREGUE D.
 Etude de l'endommagement en fatigue d'alliages d'Aluminium brasés pour échangeurs thermiques automobiles. PhD INSA Lyon, INSA Lyon, 2012.
- [CEP 08] CEPEDA-JIMENEZ C. M., POZUELO M., GARCIA-INFANTA J. M., RUANO O. A., CARRENO F.
 Interface Effects on the Fracture Mechanism of a High-Toughness Aluminum-Composite Laminate. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 40, n° 1, 2008, page 69.
- [CHO 14] CHOMIENNE V.
 Etude de l'influence de l'intégrité de surface en tournage de l'acier 15-5PH sur la tenue en fatigue en flexion rotative. PhD INSA Lyon, INSA Lyon, 2014.
- [COM 08] COMITEE L. T. J.
 Fatigue characteristics of aluminium brazing sheet after brazing. *Welding International*, vol. 22, n° 10, 2008, p. 669–675.
- [COO 78] COOKE W. E., WRIGHT T. E., HIRSCHFIELD J. A.
 Furnace Brazing of Aluminum with a Non-Corrosive Flux. 1978.
- [DAI 13] DAI C. Y., ZHANG B., XU J., ZHANG G. P.
 On size effects on fatigue properties of metal foils at micrometer scales. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 575, 2013, p. 217–222.
- [DEH 04] DEHMAS M., ARCHAMBAULT P., SERRIERE M., GAUTIER E.
 Étude de la précipitation de dispersoïdes au cours du traitement d'homogénéisation d'un alliage d'aluminium 3003. 2004.

- [DEH 05] DEHMAS M., WEISBECKER P., GEANDIER G., ARCHAMBAULT P., AEBY-GAUTIER E.
Experimental study of phase transformations in 3003 aluminium alloys during heating by in situ high energy X-ray synchrotron radiation. *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 400, n° 1–2, 2005, p. 116–124.
- [DEH 06] DEHMAS M., VALDÉS R., LAFONT M.-C., LACAZE J., VIGUIER B.
Identification of intermetallic precipitates formed during re-solidification of brazed aluminium alloys. *Scripta Materialia*, vol. 55, n° 2, 2006, p. 191–194.
- [DEH 16] DEHMANI H.
Étude de l'influence du procédé de poinçonnage sur la tenue en fatigue à grand nombre de cycles de tôles minces ferromagnétiques. Thèse de doctorat, 2016. Thèse de doctorat dirigée par Palin-Luc, Thierry Mécanique-matériaux Paris, ENSAM 2016.
- [DEL 11] DELACROIX J.
Etude des mécanismes de fissuration en fatigue et/ou fretting d'alliages Al-Cu-Li. phdthesis, INSA de Lyon, 2011.
- [DEN 10] DENEUVILLE PATRICK
Mise en forme de l'aluminium Laminage. *Techniques de l'ingénieur Mise en forme des aciers, aluminium, autres métaux et alliages*, vol. base documentaire : TIB356DUO, n° ref. article : m3140, 2010.
- [DEV 92] DEVELAY ROGER
Propriétés technologiques de l'aluminium et ses alliages corroyés. *Techniques de l'ingénieur Métaux et alliages, matériaux magnétiques et multimatériaux*, vol. base documentaire : TIB357DUO, n° ref. article : m439, 1992.
- [DEZ 16] DEZECOT S., BUFFIERE J.-Y., KOSTER A., MAUREL V., SZMYTKA F., CHARKALUK E., DAHDAH N., EL BARTALI A., LIMODIN N., WITZ J.-F.
In situ 3D characterization of high temperature fatigue damage mechanisms in a cast aluminium alloy using synchrotron X-ray tomography. *Scripta Materialia*, vol. 113, 2016, p. 254–258.
- [DIN 05] DIN-STIRBU E. L.
Comportement à la corrosion des alliages d'aluminium utilisés dans l'industrie automobile pour la fabrication de radiateur de chauffage. Thèse de doctorat, Villeurbanne, INSA, 2005.
- [EDO 12] EDO M., ENOMOTO M., TAKAYAMA Y.
Fatigue and Creep Properties of Al-Si Brazing Filler Metals. *ICAA13 : 13th International Conference on Aluminum Alloys* Wiley Online Library, 2012, p. 737–742.
- [FER 15] FERRÉ A.
Élaboration et caractérisation 3D de l'endommagement dans les composites amorphe-cristallins métalliques. Thèse de doctorat, Lyon, INSA, 2015.
- [FOR 85] FORTIN P., KELLERMANN W., SMITH F., ROGERS C., WHEELER M.
Aluminum Materials and Processes for Automotive Heat Exchanger Applications. rapport, 1985, SAE Technical Paper.
- [FOR 89] FORTIN P. E., MAROIS P. H., EVANS D. G. S.
Process for improving the corrosion resistance of brazing sheet. , n° EP0326337 (A1), 1989.
- [FUJ 97] FUJII T., SHINTATE H., YAGUCHI H., MITANI H., INADA A., SHINKAI K., KUMAI S., KATO M.

- Microstructural Development during Fatigue of a Polycrystalline 3003 Aluminum Alloy. *ISIJ International*, vol. 37, n° 12, 1997, p. 1230–1236.
- [FUJ 01] FUJII T., WATANABE C., NOMURA Y., TANAKA N., KATO M.
Microstructural evolution during low cycle fatigue of a 3003 aluminum alloy. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 319–321, 2001, p. 592–596.
- [GAO 02] GAO F., ZHAO H., P. SEKULIC D., QIAN Y., WALKER L.
Solid state Si diffusion and joint formation involving aluminum brazing sheet. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 337, n° 1–2, 2002, p. 228–235.
- [GAO 03] GAO F., SEKULIC D. P., QIAN Y., MA X.
Residual clad formation and aluminum brazed joint topology prediction. *Materials Letters*, vol. 57, n° 29, 2003, p. 4592–4596.
- [GAR 01] GARCIA J., MASSOULIER C., FAILLE P.
Brazeability of Aluminum Alloys Containing Magnesium by CAB Process Using Cesium Flux. 2001.
- [GAR 05] GARCIA J., CHRISTIAN D.
Correlations between Charge Air Cooler (CAC) distortion bench tests and flexion fatigue on test specimens. rapport, 2005, SAE Technical Paper.
- [GON 99] GONDROM S., ZHOU J., MAISL M., REITER H., KRÖNING M., ARNOLD W.
X-ray computed laminography : an approach of computed tomography for applications with limited access. *Nuclear Engineering and Design*, vol. 190, n° 1–2, 1999, p. 141–147.
- [GRA 02] GRAY A., LAUZON D., SWIDERSKY H.
The Morphology and Structure of Post-Braze Flux Residues - Morphology_Paper. *Proceeding of the 7th International AFC- Holcroft Brazing Seminar*, 2002.
- [HAT 84] HATCH J. E.
Aluminum : Properties and Physical Metallurgy. 1984.
- [HEL 05] HELFEN L., BAUMBACH T., MIKULÍK P., KIEL D., PERNOT P., CLOETENS P., BARUCHEL J.
High-resolution three-dimensional imaging of flat objects by synchrotron-radiation computed laminography. *Applied Physics Letters*, vol. 86, n° 7, 2005, page 071915.
- [HIS 08] HISATOMI Y.
Recent advance of brazing sheet and flux for aluminium brazing. *Welding International*, vol. 22, n° 7, 2008, p. 421–426.
- [HUR 03] HURLEY P., HUMPHREYS F.
The application of EBSD to the study of substructural development in a cold rolled single-phase aluminium alloy. *Acta Materialia*, vol. 51, n° 4, 2003, p. 1087–1102.
- [ISH 91] ISHIKAWA K.
Vaporization behaviour of Mg from Al–Si–Mg filler alloys in vacuum brazing. *Proc. of Conf. on Recent Advances in Science and Engineering of Light Metals, Tokyo, Japan*, 1991, p. 623–628.
- [JEF 07] JEFFCOATE C., RANGER M., GRAJZL J., YANG B., WOYCIESJES P., GERSHUN A.
Investigation of Interaction Between Coolant Formulations and Flux Loading/Compositions in Controlled Atmosphere Brazed (CAB) Aluminum Surfaces in Heat Exchanger Applications. *Journal of ASTM International*, vol. 4, n° 1, 2007, p. 1–8.

- [KAH 14] KAHL S., EKSTRÖM H.-E., MENDOZA J.
Tensile, Fatigue, and Creep Properties of Aluminum Heat Exchanger Tube Alloys for Temperatures from 293 K to 573 K (20 °C to 300 °C). *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 45, n° 2, 2014, p. 663–681.
- [KAK 88] KAK A. C., SLANEY M.
Principles of computerized tomographic imaging. IEEE press, 1988.
- [KAU 08] KAUFMAN J. G.
Properties of Aluminum Alloys : Fatigue Data and the Effects of Temperature, Product Form, and Processing. 2008.
- [KIL 03] KILMER R. J.
United States Patent : 6555251 - Multi-layer, heat treatable brazing sheet with aluminum interlayer. , n° 6555251, 2003.
- [KIL 07] KILMER R. J.
Ultra-longlife, high formability brazing sheet. , 2007, Google Patents. US Patent 7,255,932.
- [KIM 98] KIM K. C., NAM S. W.
Effects of Mn-dispersoids on the fatigue mechanism in an Al–Zn–Mg alloy. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 244, n° 2, 1998, p. 257–262.
- [KIM 12] KIM H.-H., LEE S.-B.
Effect of a brazing process on mechanical and fatigue behavior of alclad aluminum 3005. *Journal of Mechanical Science and Technology*, vol. 26, n° 7, 2012, p. 2111–2115.
- [KIM 15] KIM S.-H., KANG J.-H., EUH K., KIM H.-W.
Grain-structure evolution of brazing-treated A4343/A3003/A4343 aluminum brazing sheets rolled with different reductions. *Metals and Materials International*, vol. 21, n° 2, 2015, p. 276–285.
- [KLE 01] KLEIN M., HADRBOLETZ A., WEISS B., KHATIBI G.
The ‘size effect’ on the stress–strain, fatigue and fracture properties of thin metallic foils. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 319–321, 2001, p. 924–928.
- [KRA 05] KRAL M. V.
A crystallographic identification of intermetallic phases in Al–Si alloys. *Materials Letters*, vol. 59, n° 18, 2005, p. 2271–2276.
- [KUO 91] KUO M., FOURNELLE R. A.
Diffusion induced grain boundary migration (DIGM) and liquid film migration (LFM) in an Al-2.07 wt% Cu alloy. *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 39, n° 11, 1991, p. 2835–2845.
- [LAC 05] LACAZE J., TIERCE S., LAFONT M. C., THEBAULT Y., PÉBÈRE N., MANKOWSKI G., BLANC C., ROBIDOU H., VAUMOUSSE D., DALOZ D.
Study of the microstructure resulting from brazed aluminium materials used in heat exchangers. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 413–414, 2005, p. 317–321.
- [LAC 14] LACHAMBRE J.
Development of a method for 3D characterisation of fatigue crack using digital volume correlation on X-ray microtomography images. Theses, INSA de Lyon, 2014.
- [LAT 52] LATIMER W. M.
Oxidation potentials, vol. 74. 1952.

- [LAU 02] LAUZON D., SWIDERSKY H.
Myth about aluminium brazing with non-corrosive fluxes. 2002.
- [LED 10] LEDERER M., GRÖGER V., KHATIBI G., WEISS B.
 Size dependency of mechanical properties of high purity aluminium foils. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 527, n° 3, 2010, p. 590–599.
- [LI 03a] LI Y. J., ARNBERG L.
 Evolution of eutectic intermetallic particles in DC-cast AA3003 alloy during heating and homogenization. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 347, n° 1–2, 2003, p. 130–135.
- [LI 03b] LI Y. J., ARNBERG L.
 Quantitative study on the precipitation behavior of dispersoids in DC-cast AA3003 alloy during heating and homogenization. *Acta Materialia*, vol. 51, n° 12, 2003, p. 3415–3428.
- [LI 12] LI Y. J., MUGGERUD A. M. F., OLSEN A., FURU T.
 Precipitation of partially coherent α -Al(Mn,Fe)Si dispersoids and their strengthening effect in AA 3003 alloy. *Acta Materialia*, vol. 60, n° 3, 2012, p. 1004–1014.
- [LIU 96] LIU J.
 NOCOLOK Flux and Aluminum Brazing. 1996.
- [LIU 14] LIU N., JIE J., LU Y., WU L., FU Y., LI T.
 Characteristics of clad aluminum hollow billet prepared by horizontal continuous casting. *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 214, n° 1, 2014, p. 60–66.
- [LIU 15] LIU K., CHEN X. G.
 Development of Al–Mn–Mg 3004 alloy for applications at elevated temperature via dispersoid strengthening. *Materials & Design*, vol. 84, 2015, p. 340–350.
- [LOR 15] LORENZINO P., NAVARRO A.
 Grain size effects on notch sensitivity. *International Journal of Fatigue*, vol. 70, 2015, p. 205–215.
- [MAC 92] MACINTYRE J. E., DANIEL F. M., STIRLING V. M.
Dictionary of inorganic compounds. London, 1992.
- [MAI 04] MAIRE E., SALVO L., CLOETENS PETER, DI MICHIEL MARCO
 Tomographie à rayons X appliquée à l'étude des matériaux. *Techniques de l'ingénieur CND : applications sectorielles*, vol. base documentaire : TIB587DUO, n° ref. article : in20, 2004.
- [MAR 93] MARSHALL G. J., BOLINGBROKE R. K., GRAY A.
 Microstructural control in an aluminum core alloy for brazing sheet applications. *Metallurgical Transactions A*, vol. 24, n° 9, 1993, p. 1935–1942.
- [MAR 94] MARSHALL G. J., FLEMMING A. J. E., GRAY A., LLEWELLYN R.
 Development of a Long Life Aluminium Brazing Sheet Alloy with Enhanced Mechanical Performance. 1994.
- [MAU 12] MAUREL V., HELFEN L., N'GUYEN F., KOSTER A., DI MICHIEL M., BAUMBACH T., MORGENEYER T. F.
 Three-dimensional investigation of thermal barrier coatings by synchrotron-radiation computed laminography. *Scripta Materialia*, vol. 66, n° 7, 2012, p. 471–474.
- [MIL 69] MILLER C. J.
 Fluxless aluminum brazing furnace. , 1969. US Patent US3460816 A.

- [MIL 00] MILLER W., ZHUANG L., BOTTEMA J., WITTEBROOD A., DE SMET P., HASZLER A., VIERGE A.
Recent development in aluminium alloys for the automotive industry. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 280, n° 1, 2000, p. 37–49.
- [MIY 79] MIYAZAKI S., SHIBATA K., FUJITA H.
Effect of specimen thickness on mechanical properties of polycrystalline aggregates with various grain sizes. *Acta Metallurgica*, vol. 27, n° 5, 1979, p. 855–862.
- [MOR 11] MORGENEYER T. F., HELFEN L., SINCLAIR I., PROUDHON H., XU F., BAUMBACH T.
Ductile crack initiation and propagation assessed via in situ synchrotron radiation-computed laminography. *Scripta Materialia*, vol. 65, n° 11, 2011, p. 1010–1013.
- [MUG 13] MUGGERUD A. M. F., MØRTSELL E. A., LI Y., HOLMESTAD R.
Dispersoid strengthening in AA3xxx alloys with varying Mn and Si content during annealing at low temperatures. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 567, 2013, p. 21–28.
- [MUG 14] MUGGERUD A. M. F.
Transmission electron microscopy studies of dispersoids and constituent phases in Al-Mn-Fe-Si alloys. Thèse de doctorat, 2014.
- [MUR 84] MURRAY J. L., MCALISTER A. J.
The Al-Si (Aluminum-Silicon) system. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, vol. 5, n° 1, 1984, p. 74–84.
- [NAM 00] NAM S. W., LEE D. H.
The effect of Mn on the mechanical behavior of Al alloys. *Metals and Materials*, vol. 6, n° 1, 2000, p. 13–16.
- [NAY 02] NAYEB-HASHEMI H., LOCKWOOD M.
The effect of processing variables on the microstructures and properties of aluminum brazed joints. *Journal of Materials Science*, vol. 37, n° 17, 2002, p. 3705–3713.
- [NOV 04] NOVOVIC D., DEWES R. C., ASPINWALL D. K., VOICE W., BOWEN P.
The effect of machined topography and integrity on fatigue life. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 44, n° 2–3, 2004, p. 125–134.
- [NYL 96] NYLÉN M., GUSTAVSSON U., HUTCHINSON W. B., ÖRTNÄS A.
Mechanistic studies of brazing in clad aluminium alloys. *Materials Science Forum*, vol. 217, 1996, p. 1703–1708.
- [NYL 00] NYLEN M., GUSTAVSSON U., HUTCHINSON W. B., KARLSSON Å.
The mechanism of braze metal penetration by migration of liquid films in aluminium. *Materials science forum*, vol. 331 Trans Tech Publ, 2000, p. 1737–1742.
- [OLI 92] OLIVER W. C., PHARR G. M.
An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of materials research*, vol. 7, n° 06, 1992, p. 1564–1583, Cambridge Univ Press.
- [PAR 63] PARIS P., ERDOGAN F.
A critical analysis of crack propagation laws. *Journal of basic engineering*, vol. 85, n° 4, 1963, p. 528–533, American Society of Mechanical Engineers.

- [PEA 75] PEARSON S.
Initiation of fatigue cracks in commercial aluminium alloys and the subsequent propagation of very short cracks. *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 7, n° 2, 1975, p. 235IN15241–240IN18247, Elsevier.
- [PER 12] PERRIN E., HENRY S., GERBER L., FRANCE C.
Alloys for a heat exchanger tube having an inner protective cladding and brazed disrupter. , 2012.
- [PHI 61] PHILIPPS H., VARLEY P.
Equilibrium phase diagrams of aluminium alloy systems. *The aluminium Development Association*, , 1961.
- [POU 63] POURBAIX M., DE ZOUBOV N., VAN MUYLDER J.
Atlas d'équilibres électrochimiques, vol. 1. Gauthier-Villars Paris, 1963.
- [RHE 87] RHEE W.-H., SONG Y.-D., YOON D. N.
A critical test for the coherency strain effect on liquid film and grain boundary migration in MoNi(CoSn) alloy. *Acta Metallurgica*, vol. 35, n° 1, 1987, p. 57–60.
- [ROY 13] ROY P. B., O'CONNELL F. M., CALLAHAN T. H., ARMELLINO E. J., ELBAN W. L.
Vickers Microindentation Hardness Testing of Brazed Joints in Aluminum. 2013.
- [RUS 16a] RUSTE J.
Microanalyse X par sonde électronique Applications et développements. *Techniques de l'ingénieur Techniques d'analyse par imagerie*, vol. base documentaire : TIB387DUO., n° ref. article : p886, 2016.
- [RUS 16b] RUSTE J.
Microanalyse X par sonde électronique Principe et instrumentation. *Techniques de l'ingénieur Techniques d'analyse par imagerie*, vol. base documentaire : TIB387DUO., n° ref. article : p885, 2016.
- [SCH 83] SCHMATZ D.
Grain boundary penetration during brazing of aluminum. *Welding Journal*, vol. 10, 1983, page 267s.
- [SEK 01] SEKULIC D. P., ZELLMER B. P., NIGRO N.
Influence of joint topology on the formation of brazed joints. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, vol. 9, n° 5, 2001, page 357.
- [SEK 05a] SEKULIC D. P., GALENKO P. K., KRIVILYOV M. D., WALKER L., GAO F.
Dendritic growth in Al–Si alloys during brazing. Part 1 : Experimental evidence and kinetics. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 48, n° 12, 2005, p. 2372–2384.
- [SEK 05b] SEKULIC D. P., GALENKO P. K., KRIVILYOV M. D., WALKER L., GAO F.
Dendritic growth in Al–Si alloys during brazing. Part 2 : Computational modeling. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 48, n° 12, 2005, p. 2385–2396.
- [SHA 03] SHAH R. K.
Advances in Automotive Heat Exchanger Technology. 2003.
- [SIC 96] SICHEN D., ARVANITIDIS I., SEETHARAMAN S.
Flux reactions in Aluminum brazing with fluoride fluxes. *Gränges Technical Report*, vol. 96, 1996, page 1042.

- [SIG 98] SIGLI C., MAENNER L., SZTUR C., SHAHANI R.
Phase diagram, solidification and heat treatment of aluminum alloys. *ICAA-6 : 6 th International Conference on Aluminium Alloys, Toyohashi, Japan, 5-10 Japan 1998*, 1998, p. 87–98.
- [SUR 98] SURESH S.
Fatigue of materials. Cambridge university press, 1998.
- [TAK 93] TAKIGAWA J., OKAMOTO T.
Materials and process factors in non-corrosive flux brazing for aluminum automobile heat exchangers. *KOBELCO TECHNOL REV.*, n° 16, 1993, p. 34–38.
- [TIE 05] TIERCE S., PÉBÈRE N., BLANC C., MANKOWSKI G., ROBIDOU H., VAUMOUSSE D., LACAZE J.
Solidification and phase transformations in brazed aluminium alloys used in automotive heat exchangers. *International Journal of Cast Metals Research*, vol. 18, n° 6, 2005, p. 370–376.
- [TIE 06] TIERCE S.
Etude de la corrosion des alliages d'aluminium brasés constituant les échangeurs thermiques utilisés dans les véhicules automobiles. PhD Thesis, 2006.
- [TIE 07] TIERCE S., PÉBÈRE N., BLANC C., CASENAVE C., MANKOWSKI G., ROBIDOU H.
Corrosion behaviour of brazed multilayer material AA4343/AA3003/AA4343 : Influence of coolant parameters. *Corrosion Science*, vol. 49, n° 12, 2007, p. 4581–4593.
- [TUR 10] TURRIFF D. M., CORBIN S. F., KOZDRAS M.
Diffusional solidification phenomena in clad aluminum automotive braze sheet. *Acta Materialia*, vol. 58, n° 4, 2010, p. 1332–1341.
- [VAL 16] VALEO
Document interne Valeo. 2016.
- [VIL 12a] VILLEMIANE A.-G.
Document interne Valeo, formation Fatigue3. 2012.
- [VIL 12b] VILLEMIANE A.-G., PATURAUD J., DELAUX D., BUTERI A.
Correlation between road public usage and experimental fatigue curves on brazed heat exchanger. *Crack Paths (CP 2012)*, 2012.
- [WAG 99] WAGNER L.
Mechanical surface treatments on titanium, aluminum and magnesium alloys. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 263, n° 2, 1999, p. 210–216.
- [WAK 08] WAKIMOTO K., BLUNT J., CARLOS C., MONTEIRO P. J. M., OSTERTAG C. P., ALBERT R.
Digital laminography assessment of the damage in concrete exposed to freezing temperatures. *Cement and Concrete Research*, vol. 38, n° 10, 2008, p. 1232–1245.
- [WAL 90] WALLIS B., BENTRUP U.
Zur thermischen Entwässerung von $K_2AlF_5 \cdot H_2O$. *Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie*, vol. 589, n° 1, 1990, p. 221–227.
- [WAR 04] WARMUZEK M., MRÓWKA G., SIENIAWSKI J.
Influence of the heat treatment on the precipitation of the intermetallic phases in commercial AlMn1FeSi alloy. *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 157–158, 2004, p. 624–632.
- [WIN 76] WINTERBOTTOM W. L.
Vacuum brazing of aluminum : Auger studies of wetting and flow characteristics. *Journal of Vacuum Science and Technology*, vol. 13, n° 2, 1976, page 634.

- [WIT 06] WITTEBROOD A., DESIKAN S., BOOM R., KATGERMAN L.
Liquid Film Migration in Aluminium Brazing Sheet ? *Materials Science Forum*, vol. 519-521, 2006, p. 1151–1156.
- [WIT 09] WITTEBROOD A. J.
Microstructural Changes in Brazing Sheet due to Solid-Liquid Interaction. Thèse de doctorat, TU Delft, Delft University of Technology, 2009.
- [WOO 97] WOODS R. A.
Liquid film migration during aluminum brazing. 1997.
- [YAG 01] YAGUCHI H., MITANI H., NAGANO K., FUJII T., KATO M.
Fatigue-damage evaluation in aluminum heat-transfer tubes by measuring dislocation cell-wall thickness. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 315, n° 1–2, 2001, p. 189–194.
- [YAM 93] YAMAGUCHI M., KAWASE H., KOYAMA H.
Brazeability of Al-Mg alloys in non-corrosive flux brazing. *Furukawa review*, vol. 12, 1993, p. 139–139.
- [YAN 97] YANG H. H. S., WOODS R. A.
Mechanisms of Liquid Film Migration (LFM) in Aluminum Brazing Sheet. 1997.
- [YAN 06] YANG B., GERSHUN A. V., MARINHO F. J., WOYCIESJES P. M.
Effect of Fluoride on Corrosion of Cooling System Metals in Ethylene Glycol-Based Anti-freeze/Coolants. *Journal of ASTM International*, vol. 3, n° 10, 2006, p. 1–10.
- [YAO 99] YAO X., SANDSTRÖM R., STENQVIST T.
Strain-controlled fatigue of a braze clad Al–Mn–Mg alloy at room temperature and at 75 and 180°C. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 267, n° 1, 1999, p. 1–6.
- [YOO 95] YOON D.
Theories and observations of chemically induced interface migration. *International Materials Reviews*, vol. 40, n° 4, 1995, p. 149-179.
- [YOO 01] YOON J. S., LEE S. H., KIM M. S.
Fabrication and brazeability of a three-layer 4343/3003/4343 aluminum clad sheet by rolling. *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 111, n° 1–3, 2001, p. 85–89.
- [YU 13] YU W., XINGGUO Z., LINGGANG M., HE Z., MIN Z., NAN J.
The microstructure and properties evolution of Al–Si/Al–Mn clad sheet during plastic deformation. *Journal of Materials Research*, vol. 28, n° 12, 2013, p. 1601–1608.
- [ZEL 01] ZELLMER B. P., NIGRO N., SEKULIC D. P.
Numerical modelling and experimental verification of the formation of 2D and 3D brazed joints. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, vol. 9, n° 5, 2001, page 339.
- [ZHA 13] ZHAO Q., HOLMEDAL B.
The effect of silicon on the strengthening and work hardening of aluminum at room temperature. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 563, 2013, p. 147–151.
- [ZHO 96] ZHOU J., MAISL M., REITER H., ARNOLD W.
Computed laminography for materials testing. *Applied Physics Letters*, vol. 68, n° 24, 1996, p. 3500–3502.



FOLIO ADMINISTRATIF

THESE DE L'UNIVERSITE DE LYON OPEREE AU SEIN DE L'INSA LYON

NOM : PATURAUD

DATE de SOUTENANCE : 09/02/2017

Prénoms : Josselin

TITRE : Étude des phénomènes de fatigue sur les alliages d'aluminium brasés de faibles épaisseurs pour les échangeurs thermiques automobiles

NATURE : Doctorat

Numéro d'ordre : 2017LYSEI011

Ecole doctorale : ED 34 Matériaux de Lyon

Spécialité : Matériaux

RESUME :

La plupart des échangeurs thermiques automobiles sont fabriqués à partir de tôles d'aluminium brasées dont l'épaisseur a été constamment réduite au cours des dernières années à cause de contraintes économiques et environnementales. Dans le même temps, les contraintes subies par les échangeurs thermiques ont également augmenté ce qui a accru le risque de défaillance par fatigue mécanique, en particulier au niveau des tubes.

Dans cette étude, une caractérisation détaillée des mécanismes d'endommagement cyclique à l'œuvre dans les radiateurs de refroidissements automobiles a été effectuée dans le but d'améliorer leur fiabilité.

La matière standard utilisée pour la fabrication des échangeurs, utilisée comme référence dans ce travail, consiste en une plaque très fine (<0,27mm d'épaisseur) composée de trois alliages d'aluminium co-laminés (4045/3916/4045). Afin d'évaluer l'effet de la structure de ce « sandwich » sur les mécanismes d'endommagement, des matières composées d'une unique couche (3916) ainsi que de 4 couches 4045/3003/3916/4045) ont également été produites. Toutes ces matières, ont été brasées dans le but d'obtenir un état de surface et des propriétés mécaniques représentatives d'un échangeur thermique de série.

Des essais de fatigue à amplitude de contrainte constante ont été réalisés à température ambiante, -30°C et 120°C pour i) caractériser l'effet de la structure du sandwich sur la résistance cyclique des différentes matières étudiées et ii) l'effet de la température sur les mécanismes d'endommagement en fatigue.

Les phases d'amorçage et de propagation des fissures ont pu être étudiées par la mise en place de techniques de suivi 2D et 3D. Ces techniques, couplées à une caractérisation précise de la microstructure des matières, ont permis de clarifier les mécanismes d'endommagement conduisant à la rupture par fatigue de ces fines plaques et, notamment, de pointer le rôle clé du placage résiduel (issu de la fusion du 4045) sur les mécanismes d'endommagement.

MOTS-CLÉS : Fatigue, Alliage d'aluminium brasé, Température, Echangeur thermique

Laboratoire (s) de recherche :

MATEIS – UMR CNRS 5510
INSA de Lyon
25 avenue Jean Capelle
69621 VILLEURBANNE Cedex

Directeur de thèse: Jean-Yves BUFFIERE (MATEIS) et Damien FABREGUE (MATEIS)

Président de jury : Eric Charkaluk

Composition du jury :

Aubin, Véronique	(Professeur)
Charkaluk, Eric	(DR CNRS)
Danielou, Armelle	(Docteur)
Palin-Luc, Thierry	(Professeur)
Villemiane, Anne-Gaëlle	(Docteur)