

# Physico-chimie du brasage zirconium/titane par l'or pur : mouillage et réactivité interfaciale

Marie FISCHER

Sous la direction de Fiqiri Hodaj et Valérie Chaumat

Vendredi 25 mars 2022 à 9h00

Amphithéâtre Ampère (GreEn-Er)

## Jury :

Marie-Laurence GIORGI, PR. DES UNIVERSITES CentraleSupélec, Rapporteur

Luis Filipe MALHEIROS, PR. Université de Porto, Rapporteur

Christophe GIRARDEAUX, PR. DES UNIVERSITES Université d'Aix-Marseille, Examineur

Jean-Michel MISSIAEN, PR. DES UNIVERSITES Grenoble INP, Examineur

**Résumé :** Dans ce travail, nous avons étudié les aspects physico-chimiques de l'assemblage ZrO<sub>2</sub> / Ti par brasage pour une application biomédicale (implants cochléaires), avec l'appui de la caractérisation fine (MEB, MEB-FEG, TEM) pour analyser les produits réactionnels.

Dans une première partie, nous avons réalisé une étude expérimentale du mouillage et de la réactivité interfaciale des substrats zirconium et titane, en mettant en œuvre les techniques de la «goutte posée» et de la «goutte déposée». Tout d'abord, nous avons investigué le mouillage de la zirconium par des alliages de brasage réactifs et biocompatibles (Ag-A, Au-Sn-A et Au-A, A étant l'élément actif Ti ou Zr) entre 1066°C et 1270°C. Tous ces alliages permettent un bon mouillage de la zirconium. Une étude approfondie a été effectuée avec les alliages Au-xTi (0,6 < x < 4 % massique) puisqu'ils sont les meilleurs candidats pour le brasage zirconium / titane en terme de réactivité interfaciale. En effet, la couche réactionnelle Ti<sub>x</sub>O<sub>y</sub> mouillable formée à l'interface zirconium / alliage est homogène, continue et fine (0.3 – 4 μm). Ensuite, le mouillage du titane par l'or pur a été étudié entre 1077°C et 1125°C. L'étalement non réactif de l'or sur le titane, observé durant les 10 premières millisecondes, est suivi d'un étalement réactif (dissolution et formation d'un produit réactif à l'interface) beaucoup plus long. Un très bon mouillage est obtenu quel que soit l'état de surface du substrat de Ti (avec ou sans oxyde natif).

Dans une seconde partie, le brasage ZrO<sub>2</sub> / Ti avec l'or pur a été investigué. Le joint ZrO<sub>2</sub> / Au / Ti est créé grâce à la formation de produits réactionnels aux deux interfaces. A l'interface Ti / Au, quatre intermétalliques Ti-Au (Ti<sub>3</sub>Au, TiAu, TiAu<sub>2</sub> and TiAu<sub>4</sub>) et la solution solide δ-Au sont observés. La dissolution du Ti du substrat et la diffusion de Ti dans Au liquide, conduisent à la formation d'un oxyde Ti<sub>x</sub>O<sub>y</sub> mouillable à l'interface ZrO<sub>2</sub> / Au. L'oxygène est fourni par la zirconium qui devient sous-stœchiométrique proche du joint. L'effet de plusieurs facteurs tels que l'épaisseur de la brasure, la température de brasage, le temps de maintien et la pression partielle d'oxygène, a été étudié dans le but de proposer des paramètres de brasage optimaux. Cette étude a été complétée par des essais de traction qui ont conduit à une contrainte à rupture moyenne de l'ordre de 56 MPa. Une relation entre la pression partielle d'oxygène dans le four de brasage et le comportement mécanique du joint a été établie expérimentalement pour la première fois.