

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

## Mémoire de Master

Pour l'obtention du diplôme de Master en génie des matériaux

**Indexation des pics par le logiciel MAUD des phases observées à l'état  
brut et homogénéisé dans les alliages d'aluminium 6063**

**Présenté par :** BENAÏSSA Rihab

**Sous la direction de :** Professeur Mabrouk BOUABDALLAH

**Composition du Jury :**

<b>Président</b>	<b>Mr. M.LARIBI</b>	<b>Professeur</b>	<b>ENP</b>
<b>Promoteur</b>	<b>Mr. M. BOUABDALLAH</b>	<b>Professeur</b>	<b>ENP</b>
<b>Examineur</b>	<b>Mr. A.KASSER</b>	<b>Maitre de Conférences</b>	<b>ENP</b>

## ملخص

الهدف من هذه الدراسة يكمن في تحديد وفهرسة قمم المنحنيات الناتجة عن تحليل حيود الأشعة السينية لخلائط الالومنيوم 6063 الخامة و المعالجة حراريا .نتائج تحليل حيود الأشعة السينية أظهرت وجود الالمنيوم ألفا بالإضافة الى ثنائي مغنزيوم السلسيوم و ألمنيوم 5 حديد السلسيوم. تم التعرف على هذه البنيات و الحصول على المعلومات البلورية الخاصة بها و كذلك المستويات الهندسية لكل بنية عن طريق برنامج مود الالكتروني .

. **كلمات مفتاحية.** خلائط الالمنيوم 6063 . تحليل حيود الأشعة السينية. برنامج مود الالكتروني

### **Abstract :**

This study aims index the pics of the micrometric phases found in the row 6063 aluminium alloy and the quenched 6063 aluminium alloy. The X-Rays Diffraction results of aluminium alloy 6063 led to identify the existing phases which are  $\alpha$ -Aluminium as a matrix ,  $Mg_2Si$  as a the coarse phase and  $Al_5FeSi$  as iron intermetallic . the identification and indexation were numerically done by MAUD software which allowed the visualization of the crystallographic plans having low intensity peaks.

**Key words:** aluminium 6063 , intermetallic ,  $Mg_2Si$  , X ray diffraction, MAUD, fitting , refinement.

### **Résumé :**

Ce travail consiste en l'indexation des pics de phases micrométriques observées à l'état brut et homogénéisé dans les alliages d'aluminium par le logiciel MAUD .

Les résultats d'analyse par diffraction des rayons X de l'aluminium 6063 à l'état brut et homogénéisé a conduit à identifier les phases dans l'alliage 6063 comme étant le  $\alpha$ -Aluminium en matrice , des phases dispersoide et intermetallique au fer comme :  $Al_5FeSi$  et une phase grossière de  $Mg_2Si$  .l'identification et L'indexation a été faite numériquement par le logiciel MAUD ce qui a permis de visualiser les plans cristallographiques de toutes les phases même celles ayant des pics à faibles intensités.

**Mots clés :** l'aluminium 6063, intermétallique ,  $Mg_2Si$  , Diffraction des rayons X , MAUD, fitting , refinement.

# *Dédicaces*

*A la mémoire de ma très chère tante Fatma*

# *Remerciements*

Qu'il me soit permis de remercier et d'exprimer ma profonde gratitude en premier lieu à Dieu, mon créateur, de m'avoir donné toute la force nécessaire pour accomplir ce modeste travail ainsi mes parents et à Mr. BOUABDALLAH mon promoteur, pour m'avoir confié un travail aussi intéressant et pour ses conseils, ses encouragements et son suivi attentif.

Mes sincères remerciements vont à Monsieur Laribi qui m'a fait l'honneur de présider le jury de mon mémoire, je tiens à la remercier également pour sa pédagogie, son sérieux et sa sincérité envers les étudiants pendant ces trois années de spécialisation ,ainsi que Monsieur Kasser non seulement parce qu'il a accepté d'examiner mon travail mais aussi pour son aide et présence lors des moments les plus durs de notre cursus..

Je remercie aussi mon Co-promoteur Djema Oussama qui a suivi mon travail et qui n'a jamais cessé de m'encourager et de m'aider.

Je suis également très reconnaissante envers tous mes proches qui, chacun à leur manière, de près ou de loin, m'ont apporté leur aide au cours de mes années d'études.

# Table des matières

Liste des figures .....	7
Liste des tableaux .....	8
Introduction générale : .....	9
I.1. Les alliages d'aluminium : .....	10
I.1.1 Influence des éléments d'addition : .....	10
I.1.2. Catégories des alliages d'aluminium : .....	11
I.1.2.1. Les alliages de fonderie : .....	11
I.1.2.2. Les alliages de corroyage : .....	11
I.1.3 Désignation des alliages d'aluminium de corroyage : .....	12
I.2. Les alliages d'aluminium de la série 6XXX .....	12
I.2.1. Caractéristiques mécaniques du 6063 .....	14
I.2.2 Phases cristallographiques dans l'alliage 6063 : .....	14
I.2.2.1. Les précipités $Mg_2Si$ grossiers : .....	14
I.2.2.2. Les intermétalliques au fer (IMF): .....	15
I.2.2.3. Les dispersoïdes au chrome et au manganèse .....	17
I.3. Traitement thermique d'homogénéisation : .....	18
I.4. MAUD Software (Materials Analysis Using Diffraction) .....	19
I.4.1. Description du MAUD. ....	19
I.4.2. Principales caractéristiques du MAUD software .....	20
II.1. Alliage utilisé : .....	21
II.2 . Traitement d'homogénéisation après la coulée: .....	21
II.3. Préparation des échantillons : .....	21

II.3.1.Découpage des échantillons : .....	21
II.3.2 Polissage mécanique. ....	22
II.4. Analyse par diffraction des rayons X.....	22
III.1 Présentation des résultats : .....	26
III.2. Indexation des diffractogrammes des échantillons A et B : .....	31
III.2.1Echantillon A (non homogénéisé) : .....	31
III.2.2.Echantillon B : .....	32
III.2.3Indexation des deux spectres : .....	34
Conclusion et perspectives : .....	36
Références Bibliographie :.....	37

## Liste des figures

Figure 1: alliages de la série 6XXX selon leurs pourcentages en Si et en Mg [7].	13
Figure 2: Illustration des proportions standards des Mg et Si pour l'alliage AA6063, comportant les alliages équilibrées en $Mg_2Si$ (0.7-1.4wt% $Mg_2Si$ ), alliages commerciaux et ceux avec excès du Mg et Si par rapport au $Mg_2Si$ [9].	13
Figure 3: Diagramme de phase pseudo-binaire Al- $Mg_2Si$ [1].	14
Figure 4: section transversale du diagramme d'équilibre equilibrium phase diagram of Al Mg-Si-Mn-Fe calculé par Pandat software.[13]	16
Figure 5: Microstructure de phase $Mg_2Si$ et intermétalliques $\alpha$ et $\beta$ dans l'alliage 6063 [14].	16
Figure 6: Observation de la microstructure à différentes échelles : a) précipités $Mg_2Si$ grossiers et intermétalliques au fer (IMF), b) dispersoïdes au chrome et au manganèse et précipités nanométriques de type $Mg_xSi_y$ , c) précipités nanométriques de type $Mg_xSi_y$ [10].	18
Figure 7: Aperçu de l'interface du logiciel MAUD.	19
Figure 8: Diffraction des rayons X selon la loi de Bragg.	23
Figure 9: aperçu du logiciel MAUD lors de l'analyse d'un cliché DRX.	23
Figure 10: aperçu de la base de données COD.	24
Figure 11: fenêtre des paramètres à fournir pour chercher le CIF d'une structure, a) entrées concernant la composition chimique de la structure	24
Figure 12: aperçu fenêtre des paramètres à fournir pour chercher le CIF d'une structure dans la COD, b) entrées concernant les paramètres de maille	25
Figure 13: Résultats d'une recherche sur la base de données COD avec liens pour télécharger les CIF des structures proposées.	25
Figure 14: diagramme de diffraction de l'échantillon A : alliage après la coulée.	26
Figure 15: diagramme de diffraction de l'échantillon B : alliage homogénéisé.	26
Figure 16: Résultat du calcul spectral de l'échantillon A en introduisant que l'aluminium comme phase.	27
Figure 17: réglages des paramètres	27
Figure 18: Résultat du fitting du spectre théorique de l'aluminium sur le spectre de l'échantillon A.	28
Figure 19: Résultat du calcul spectral du $Mg_2Si$ et Al.	28
Figure 20: Réglages des paramètres de « refinement » du $Mg_2Si$	29
Figure 21: Résultats du calcul spectral des 3 phases : Al, $Mg_2Si$ et $Al_5FeSi$ .	29
Figure 22: réglages à faire	29
Figure 23: Spectres calculé et expérimental superposé par le lancement du « Wizard refinement » de l'échantillon A : non homogénéisé.	30
Figure 24: Spectres calculé et expérimental superposé par le lancement du « Wizard refinement » de l'échantillon B : homogénéisé.	30
Figure 25: pics d'aluminium doublés représentant les raies $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ .	31
Figure 26: résultat de la superposition des deux spectres.	34
Figure 27: Positions des pics de $Mg_2Si$ et $Al_5FeSi$ .	35
Figure 28 : Indexation des pics d'aluminium	35

## Liste des tableaux

Tableau 1: Influence des éléments d'addition [3].	10
Tableau 2 :Les proportions des éléments d'addition du 6063 [8].	13
Tableau 3: Propriétés mécaniques de l'alliage 6063.	14
Tableau 4: Composition chimique de l'alliage étudié :	21
Tableau 5: résultats du dépouillement du spectre de l'échantillon A des raies les plus intenses :	31
Tableau 6: Indices hkl des raies de la phase $Mg_2Si$	32
Tableau 7: Indices hkl des raies de la phase $Al_5FeSi$ .	32
Tableau 8: indices hkl des raies les plus intenses (aluminium).	33
Tableau 9: indice hkl des raies du $Al_5FeSi$ :	33
Tableau 10: Indices hkl de $Mg_2Si$ :	33



# *Introduction générale :*

Les alliages d'aluminium de la série 6000 sont utilisés dans le cadre de l'allègement des structures de transport aérien, naval et terrestre.

Une des méthode de caractérisation de ces alliages est la diffraction des rayons X , cette méthode est très utilisée pour l'étude microstructurale des alliages métalliques. Elle est utilisée pour la caractérisation cristallographique et l'identification des phases majeures présentes dans les alliages tels que les précipités grossiers comme les dispersoïdes dans les alliages de série 6000 contenant du Mn ou/et du Cr.

Lors de l'exploitation des diffractogrammes, la méthode classique du dépouillement de ces derniers ne peut qu'indexer les phases ayant des pics intenses, cependant les précipités cristallographiques ont généralement des pics à intensités faibles , donc c'est fort probable qu'ils soient confondus avec le bruit de fond .

Des logiciels performants sont élaborés dans le domaine de la diffraction des rayons X et le logiciel MAUD en fait partie, ce logiciel est un programme d'analyse de diffraction / réflexion basé sur la méthode d'affinement Rietveld. Il est créé en 1999 par Luca Lutterotti professeur à l'université Trento en Italie.

Dans ce travail, nous avons utilisé le logiciel MAUD pour le traitement des diffractogrammes de rayons X des alliages d'aluminium 6063.

L'alliage que nous avons étudié est obtenu après la coulée et un traitement thermique d'homogénéisation a été fait après. afin de vérifier que l'homogénéisation a fait disparaître les microségrégations et les phases grossières, une caractérisation par diffraction des rayons X était appliqué avant et après l'homogénéisation et les résultats sont traités et comparés par le logiciel MAUD .

# Chapitre I. Etude bibliographique.

## I.1. Les alliages d'aluminium :

L'aluminium est beaucoup utilisé pour sa légèreté, pour sa bonne résistance à la corrosion conférée par sa couche d'alumine, ainsi que pour sa conductivité électrique élevée. Cependant, les propriétés mécaniques de l'aluminium pur sont médiocres. Pour pallier ce problème, les fabricants lui ajoutent des composés métalliques qui se retrouvent en solution ou sous forme de précipités dans le matériau. Les alliages ainsi obtenus peuvent être très complexes. Le choix des éléments d'addition est déterminant pour l'obtention des propriétés recherchées. Il est couramment considéré que les alliages comportent une addition principale déterminante pour les propriétés de résistance et des additions secondaires, en quantité plus faible, qui ont une action plus spécifique [1].

Seuls neuf éléments sont capables de s'allier à l'aluminium parce qu'ils ont une solubilité dans l'aluminium à l'état solide supérieure à 0,5 %. Ce sont : l'argent, le cuivre, le gallium, le germanium, le lithium, le manganèse, le magnésium, le silicium et le zinc. Pour diverses raisons de coût (l'argent), de disponibilité (le gallium, le germanium) et de difficultés de mise en œuvre (le lithium), la métallurgie de l'aluminium est fondée, depuis son début, sur uniquement cinq éléments d'alliage qui sont [2]:

- Le cuivre
- Le manganèse
- Le magnésium
- Le silicium
- Le zinc.

### I.1.1 Influence des éléments d'addition :

Tableau 1: Influence des éléments d'addition [3].

Élément	Influence
Cuivre	-améliore les caractéristiques mécaniques ; -diminue la résistance à la corrosion ; -diminue la conductivité électrique ; -facilite l'usinage par l'augmentation de la dureté ; -rend le soudage très difficile ; -mise en forme possible sur état recuit ou sur trempe fraîche ; -bonne aptitude aux traitements de surface.

Manganèse	-améliore les caractéristiques mécaniques ; -facilite l'emboutissage ; -bonne tenue à la corrosion
Magnésium	-améliore la tenue à la corrosion ; -aptitude au soudage ; -bonne aptitude aux traitements de surface
Silicium	diminue l'usinabilité, le silicium est un élément dur et abrasif ; -possibilité de soudage pour les alliages sans cuivre ; -bonne tenue à la corrosion pour les alliages sans cuivre.
Silicium + magnésium	améliorent les caractéristiques mécaniques ; -améliorent l'aptitude au filage ; -très bonne tenue à la corrosion ; -très bonne aptitude aux traitements de surface
Zinc	-améliore les caractéristiques mécaniques (les plus élevées de tous les alliages d'aluminium) ; -la soudabilité pour les alliages sans cuivre ; -tenue à la corrosion médiocre

### ***1.1.2. Catégories des alliages d'aluminium :***

Les alliages d'aluminium peuvent être classés en deux catégories :

#### ***1.1.2.1. Les alliages de fonderie :***

Ces alliages d'aluminium sont destinés à être transformés après fusion par leur mise en forme par moulage. Il existe différents types de moulage : le moulage en sable, le moulage en coquille, la coulée sous pression, etc. Le procédé le plus économique est choisi en fonction de la taille, de la forme des pièces et de l'importance des séries. Le type de moulage choisi influe sur les propriétés du matériau. Par exemple, le refroidissement plus rapide obtenu grâce au moulage en coquille donne aux pièces une structure métallurgique plus fine et améliore ainsi les propriétés mécaniques du matériau, comparativement à l'utilisation du moulage en sable. Concernant le choix de l'alliage, il résulte souvent d'un compromis entre les propriétés de fonderie (coulabilité, absence de crique à chaud, forme et répartition du retrait volumique) et les propriétés d'usage exigées de la pièce (caractéristiques mécaniques, aspect de surface, aptitude au polissage et à l'anodisation, résistance à la corrosion, etc.) [4].

#### ***1.1.2.2. Les alliages de corroyage :***

Ces alliages d'aluminium sont destinés à être mise en forme par des techniques telles que le laminage, le filage, le matriçage, le forgeage, etc. La technique est choisie en fonction de la forme finale désirée [3,5].

### ***1.1.3 Désignation des alliages d'aluminium de corroyage :***

Les alliages d'aluminium corroyés sont classés en grandes séries en fonction de leurs éléments d'addition principaux. Ils sont désignés par un nombre à 4 chiffres dont le premier désigne le numéro de série [2,4,1] :

- ✓ Série 1XXX : aluminiums non alliés (teneur supérieure à 99 %)
- ✓ Série 2XXX : alliages aluminium – cuivre
- ✓ Série 3XXX : alliages aluminium – manganèse
- ✓ Série 4XXX : alliages aluminium – silicium
- ✓ Série 5XXX : alliages aluminium – magnésium
- ✓ Série 6XXX : alliages aluminium – magnésium – silicium
- ✓ Série 7XXX : alliages aluminium – zinc
- ✓ Série 8XXX : autres alliages d'aluminium

En fonction de leur composition et des traitements thermiques qui leur sont appliqués, ces alliages peuvent développer différentes propriétés mécaniques très intéressantes. Certains alliages sont dits à durcissement structural. Cela signifie que des traitements thermiques peuvent leur être appliqués afin de modifier leur structure Le but étant d'augmenter les propriétés mécaniques du matériau [2].

### ***1.2. Les alliages d'aluminium de la série 6XXX***

L'alliage étudié est un alliage très répandu de la série 6XXX. Ses éléments d'addition principaux sont le magnésium et le silicium.

Les alliages d'aluminium de la série 6XXX sont très nombreux, comme le montre la **figure 1**. Ils se différencient par leur teneur en magnésium (qui peut varier de 0,3 à 1,5 %) et leur teneur en silicium (de 0,3 à 1,4 %) [1]. Ils comportent également des éléments d'alliage secondaires comme le chrome, le manganèse, le cuivre, le plomb, etc. qui jouent également un rôle dans les propriétés des alliages de cette série. Les propriétés générales des alliages de la série 6XXX sont [6] :

Une très bonne aptitude à la déformation à chaud par laminage et surtout par filage et matriçage, Une bonne aptitude à la mise en forme à froid (par cintrage par exemple) en particulier dans les états recuits (O) et, à un degré moindre, trempé mûri (T4), des caractéristiques mécaniques relativement bonnes à l'état trempé revenu (T6). Une très bonne résistance à la corrosion pouvant être renforcée par des traitements d'anodisation,

La possibilité d'obtenir de beaux états de surface dès la sortie de la presse à filer, états de surface qui peuvent être améliorés par brillantage et anodisation,

Une bonne aptitude au soudage,

Un bon comportement aux basses ou très basses températures mais une résistance à chaud limitée à partir de 150 à 200 °C suivant la durée du maintien à chaud.

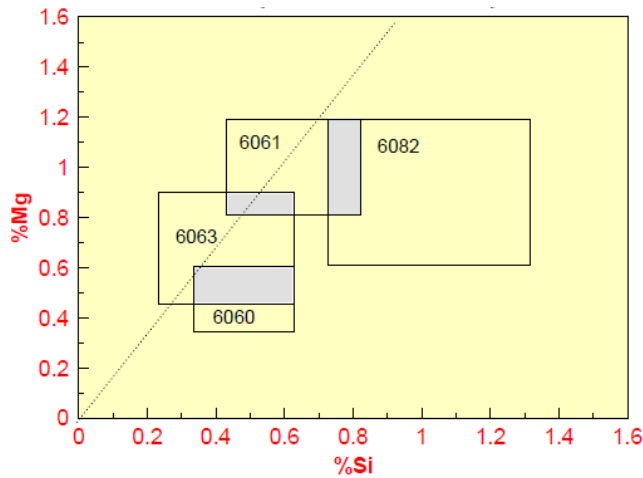


Figure 1: alliages de la série 6XXX selon leurs pourcentages en Si et en Mg [7].

Les alliages de la série 6XXX sont des alliages à durcissement structural. Cela signifie que lorsqu'ils sont traités thermiquement, leur résistance mécanique augmente grâce à l'apparition de précipités riches en magnésium et de silicium [1]. **Le tableau 2** montre les éléments d'alliage du 6063 et leur proportion en masse, **la figure 2** illustre la plage d'existence des alliages 6063 avec leurs proportions en Si et Mg par rapport à celle du  $Mg_2Si$ .

Tableau 2 : Les proportions des éléments d'addition du 6063 [8].

Element	Mg	Si	Cr	Mn	Ti	Cu	Zn	Fe	Autres
% massique	0.45-0.9	0.2-0.6	Max 0.1	Max 0.1	Max 0.1	Max 0.1	Max 0.1	Max 0.35	Max 0.15

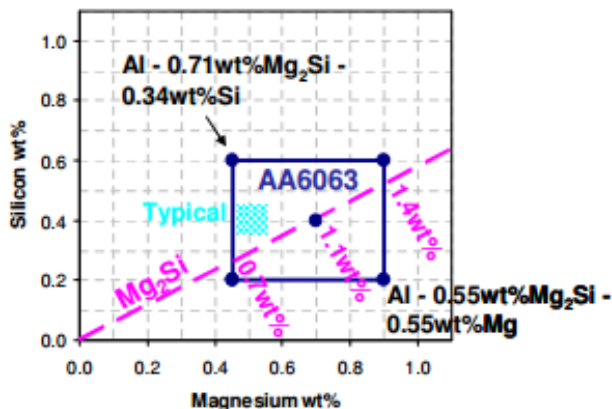


Figure 2: Illustration des proportions standards des Mg et Si pour l'alliage AA6063, comportant les alliages équilibrés en  $Mg_2Si$  (0.7-1.4wt%  $Mg_2Si$ ), alliages commerciaux et ceux avec excès du Mg et Si par rapport au  $Mg_2Si$  [9].

### 1.2.1. Caractéristiques mécaniques du 6063

Les alliages d'aluminium de la série 6XXX, (6063 en particulier), font l'objet de nombreuses études principalement sous un aspect métallurgique mais également sous un aspect mécanique. Les propriétés mécaniques classiques (la limite d'élasticité à 0,2 %  $R_{p0,2}$ , la limite à la rupture  $R_m$ , l'allongement à rupture  $A$ , le module d'élasticité  $E$  et le coefficient de poisson  $\nu$  couramment admises sont données dans le **tableau 3** [8] :

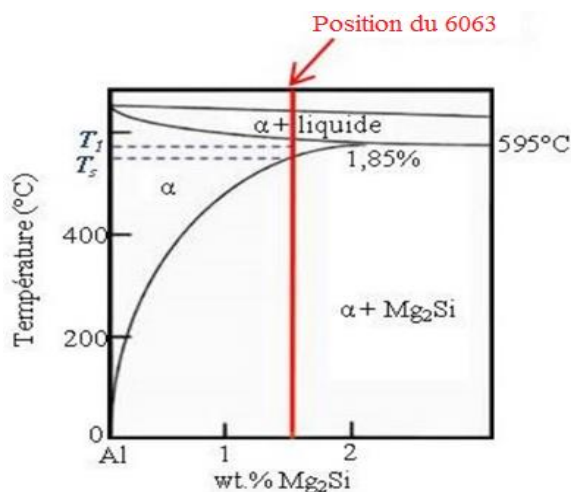
**Tableau 3: Propriétés mécaniques de l'alliage 6063.**

Dureté Hv	$R_{p0,2}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	A (%)	E (GPa)	$\nu$
83	214	241	12	68.9	0.33

### 1.2.2 Phases cristallographiques dans l'alliage 6063 :

#### 1.2.2.1. Les précipités $Mg_2Si$ grossiers :

Des phases stables  $Mg_2Si$ , dites « grossières » de taille micrométrique se forment lors de la solidification et du refroidissement de l'alliage après coulée. Ces phases n'ont aucun apport en termes de durcissement structural et sont pénalisantes en termes de ténacité. Les traitements à haute température d'homogénéisation et de mise en solution permettent de dissoudre une partie de ces précipités et remettent donc le silicium et le magnésium en solution solide [6]. Les solubilités du Mg et du Si augmentent avec la température, la fraction de  $Mg_2Si$  grossiers diminue donc jusqu'à une dissolution totale pour des températures généralement comprises entre 550 et 600°C comme représenté sur le diagramme pseudo-binaire Al- $Mg_2Si$  (**figure 3**).



**Figure 3: Diagramme de phase pseudo-binaire Al- $Mg_2Si$  [1].**

Plus les teneurs en Mg et Si sont élevées, plus la température nécessaire pour la dissolution de tous les précipités est élevée. La présence de ces précipités grossiers  $Mg_2Si$  diminue la quantité de Mg et de Si disponible pour la précipitation des phases  $\beta''$  et  $\beta'$  qui participent au renfort de la matrice, et provoque également une diminution de la ténacité car ils agissent comme des zones de concentration de contraintes.

Lorsque la trempe n'est pas suffisamment rapide, des précipités  $Mg_2Si$  de taille d'environ  $1 \mu m$  se forment sur les joints de grains. Ces précipités  $Mg_2Si$  sont dit « hétérogènes de trempe » [10].

#### ***1.2.2.2. Les intermétalliques au fer (IMF):***

Le fer est présent dans les alliages d'aluminium 6xxx en tant qu'impureté. Sa limite de solubilité dans une matrice d'aluminium est très faible (0,002 % à 20°C). La quasi-totalité du fer présent lors de l'élaboration du métal liquide se retrouve après solidification sous forme de précipités grossiers, appelés intermétalliques au fer: AlFe, AlFeSi et Al(Mn,Cr,Fe)Si principalement, **figure 1.4 et figure 1.5**, [10,11]. Plusieurs recherches indiquent la présence de deux types d'intermétalliques au fer, de forme et de compositions différentes :

**Phases  $\beta$**  : monocliniques, avec les paramètres de maille :  $a = b = 6.12 \text{ \AA}$ ,  $c = 41.5 \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 91^\circ$ , et une densité de  $3.30- 3.35 \text{ g/cm}^3$  [12], qui sont en forme de plaquette avec une longueur de  $20 \mu m$  et une épaisseur de  $0,1-2 \mu m$ . La stœchiométrie de cette phase est  $Al_5FeSi$  (27-28%Fe, 14-16%Si). Cette phase apparaît lors de la coulée [9,11].

**Phases  $\alpha$  cubiques** : qui ont une stœchiométrie  $Al_{12}(Fe_xMn_{1-x})_3Si$ . Trois types de cette phase sont identifiés dans cet alliage :

Les phases  $\alpha$  formées après la transformation  $\beta-\alpha$  ont une taille d'environ  $1 \mu m$  et se présentent comme une chaîne de particules rondes situées à l'ancien emplacement des phases  $\beta$  (2) les phases  $\alpha$  formées pendant la coulée ont une forme ellipsoïdale avec une large variation de longueur et une épaisseur de l'ordre de  $5 \mu m$ . Ces phases ont un rapport Fe/Mn élevé;

Les phases  $\alpha$  formées dans la matrice d'aluminium durant l'homogénéisation sont uniformément réparties avec une taille moyenne d'environ  $50- 200 \text{ nm}$ . La stœchiométrie pourrait être  $Al_{12}Mn_3Si$ . Ces phases présentent un rapport Fe/Mn faible. Du fait de leur faible teneur en fer, ces phases sont parfois classées dans la catégorie des dispersoïdes au Mn. Tout comme les précipités  $Mg_2Si$  grossiers de coulée, les précipités grossiers d'intermétalliques au fer peuvent avoir un impact néfaste sur la ductilité et la ténacité de l'alliage.

**Phases  $\alpha$  de structure hexagonale** avec les paramètres de maille  $a=12.3\text{\AA}$ ,  $c=26.3\text{\AA}$ , et une densité de  $3.58 \text{ g/cm}^3$  avec une stœchiométrie de  $Al_8Fe_2Si$  (32-36%Fe, 6-9.5%Si) [8].

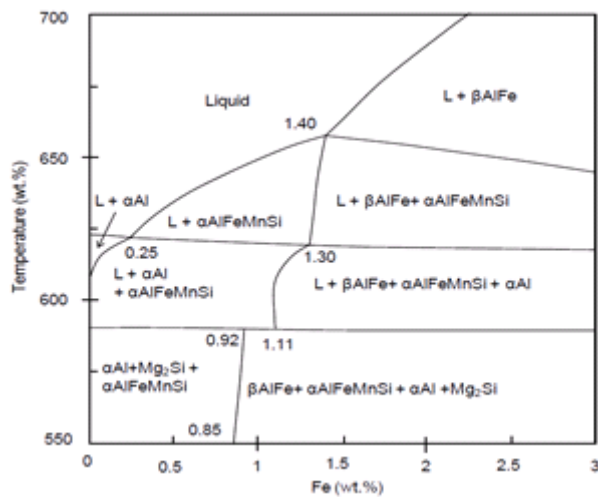


Figure 4: section transversale du diagramme d'équilibre equilibrium phase diagram of Al Mg-Si-Mn-Fe calculé par Pandat software.[13]

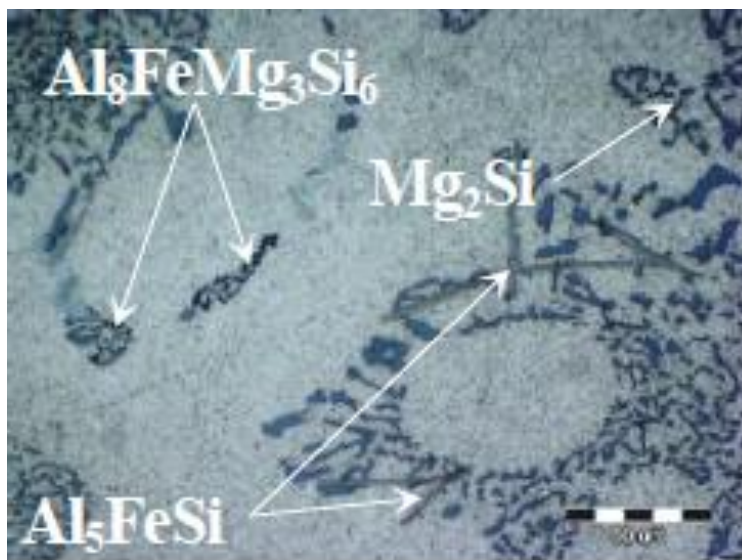


Figure 5: Microstructure de phase  $Mg_2Si$  et intermétalliques  $\alpha$  et  $\beta$  dans l'alliage 6063 par MEB [14].

La phase  $\beta$ - $Al_5FeSi$  est la plus dommageable au point de vue des propriétés mécaniques. C'est une phase dure non cohérente avec la matrice qui se retrouve aux joints de grains et dans l'espace inter-dendritique sous forme de grandes plaques [15]. En plus de se retrouver dans ces zones de transition, son interface avec la matrice est très bien définie et sa décohésion relativement aisée, ce qui en fait un site privilégié d'initiation de fissures et de formation de vides. Sa forme et sa grande taille provoquent des concentrations de contraintes et bloquent le déplacement des dislocations ce qui diminue d'autant la ductilité de l'all

iage. La présence de la phase  $\alpha$ - $Al_{12}(Fe,Mn)_3Si_2$  est de loin préférable. Elle se retrouve aussi aux joints de grains ainsi que dans l'espace inter-dendritique et a une apparence plus globulaire avec une interface phase/matrice plus diffuse [14]. Elle se forme à la solidification grâce à l'ajout de Mn mais peut aussi venir de la transformation de  $\beta$ - $Al_5FeSi$ . Cette transformation se fait à haute température et fractionne les grandes plaques de  $\beta$  en longues guirlandes de petites particules rondes de  $\alpha$ . Cette surface plus petite permet un meilleur mouvement des dislocations et sa forme ronde diminue les concentrations de contraintes, donnant une meilleure ductilité [15,10].



### ***1.2.2.3. Les dispersoïdes au chrome et au manganèse***

Les dispersoïdes au chrome et au manganèse se forment lors de l'étape d'homogénéisation. Ils sont incohérents et répartis de façon homogène. Leur diamètre varie entre 50 et 500nm. Ces derniers existent sous deux formes :

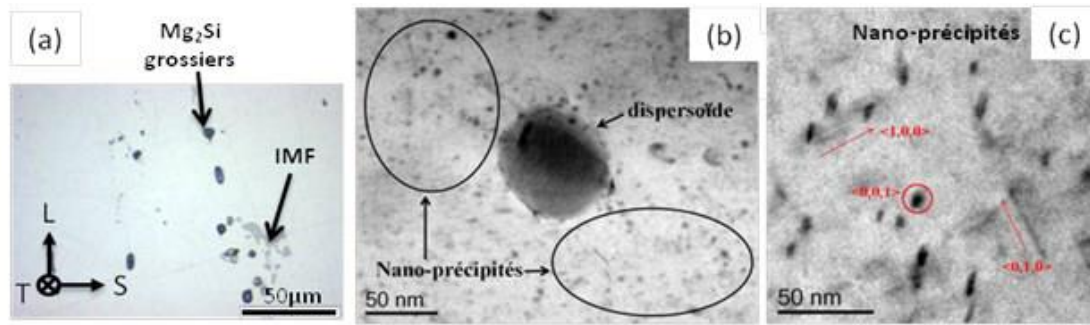
- $\alpha$ -Al(Cr-Mn,Fe)Si de structure cubique simple ou cubique centrée. La littérature tend à montrer que lorsque la valeur du rapport des teneurs Fe/Mn ou Fe/Cr est faible la structure cubique simple est privilégiée et inversement pour la structure cubique centrée. La valeur du paramètre de maille vaut entre 12,5 et 12,7Å.
- $\alpha'$ -AlCrSi de structure cubique faces centrées dont le paramètre de maille vaut 10,9Å .
- Les dispersoïdes présentent une bonne stabilité thermique. Ils jouent un rôle d'ancrage des joints de grain ce qui permet d'améliorer la résistance à la recristallisation et à la croissance de grains [10].

Des observations métallographiques ont été réalisées en microscopie optique (MO) par Yang SHEN montrent la présence de deux types de précipités grossiers (Figure 5).

- Les phases noires : les analyses en microsonde montrent que les phases noires (sur la Figure I.10a) sont riches en magnésium et silicium et présentent un ratio de composition correspondant à la formulation **Mg<sub>2</sub>Si** grossiers.
- Les phases grises: les autres composés de couleur grise (sur la Figure 6a) sont des précipités **intermétalliques au fer (IMF)**.

Les observations en Microscopie Électronique en Transmission (MET) mettent en évidence deux autres types de précipités :

- Les dispersoïdes au chrome et au manganèse dont la taille varie entre 50nm et 500nm (Figure 6 b).
- Les précipités nanométriques de type Mg<sub>x</sub>Si<sub>y</sub> (1-50nm) assurant le durcissement structural de l'alliage (Figure 6c) [10].



**Figure 6: Observation de la microstructure à différentes échelles : a) précipités  $Mg_2Si$  grossiers et intermétalliques au fer (IMF), b) dispersoïdes au chrome et au manganèse et précipités nanométriques de type  $Mg_xSi_y$ , c) précipités nanométriques de type  $Mg_3Si_7$  [10].**

### ***I.3. Traitement thermique d'homogénéisation :***

Après solidification, les billettes ou plateaux d'alliage issus de coulée subissent un refroidissement relativement lent qui permet la formation de précipités  $Mg_2Si$  grossiers et d'intermétalliques au fer.

L'homogénéisation est un traitement thermique couramment appliqué aux alliages d'aluminium corroyés. Elle a pour but de former une solution solide homogène en amenant l'alliage à de hautes températures près ou dans le domaine monophasé [10]. La diffusion des éléments d'alliage devient alors beaucoup plus importante ce qui permet la dissolution des phases présentes (notamment le  $Mg_2Si$ ) et permet une atténuation de la microségrégation [10-14]. La microstructure résultante est alors beaucoup plus homogène. Par contre, les éléments comme le Fe, Cr et Mn ont une vitesse de diffusion très faible dans l'aluminium solide et les phases qu'ils forment sont difficiles, voire impossibles à dissoudre. Dans le cas de la phase  $\beta-Al_5FeSi$ , la diffusion peut quand même permettre sa transformation en phase  $\alpha-Al_{12}(Fe,Mn)_3Si_2$ . Celle-ci est beaucoup plus lente que la dissolution de  $Mg_2Si$  ou que l'atténuation de la microségrégation.

Le traitement thermique d'homogénéisation consiste à maintenir, l'alliage à une température assez élevée ( $\sim 530^\circ C$ ) et pendant des temps prolongés ( $\sim 9h$ ). Il a pour but premier de réduire les gradients de concentration en solutés incohérents à la coulée. L'objectif secondaire concerne la dissolution en partie des précipités  $Mg_2Si$  grossiers et la transformation/globularisation des phases insolubles (intermétalliques au fer) au cours de la transformation. Lors de la phase d'homogénéisation, la formation des dispersoïdes intervient [10].

## 1.4. MAUD Software (Materials Analysis Using Diffraction)

### 1.4.1. Description du MAUD.

Le logiciel MAUD est un programme d'analyse de diffraction / réflexion basé sur la méthode d'affinement Rietveld (figure 7). Ce logiciel est un logiciel gratuit, disponible sur plusieurs plateformes dès que nous avons un environnement JAVA installé sur la machine et créé en 1999 par Luca Lutterotti professeur à l'université Trento en Italie.

Les lettres MAUD sont les initiales de : Material Analysis Using Diffraction (analyse matérielle utilisant la diffraction).

Ce logiciel est facile à utiliser, Il s'utilise pour des données issues de DRX classique, de synchrotron, de rayonnement neutronique. Il est développé pour des analyses Rietveld de données obtenues en simultanée issues de différents instruments et différentes techniques.

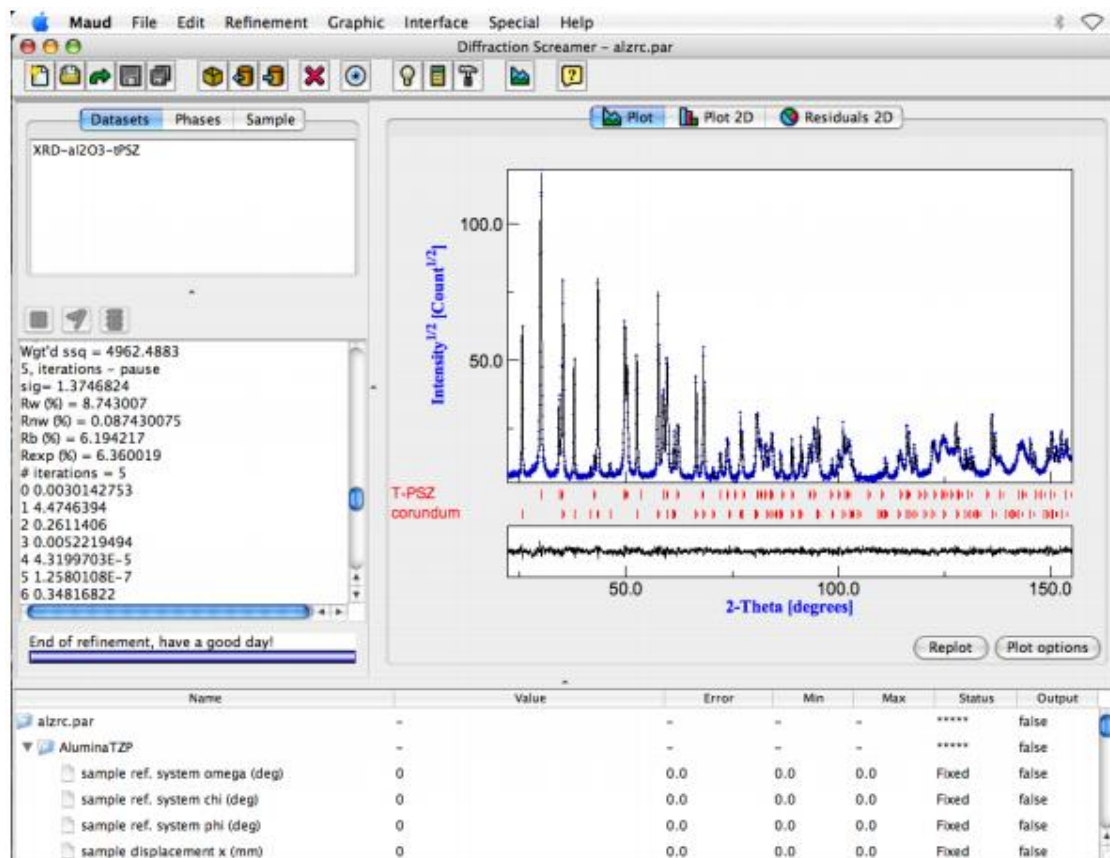


Figure 7: Aperçu de l'interface du logiciel MAUD.

### ***1.4.2.Principales caractéristiques du MAUD software***

Utilisation conviviale avec contrôle de chaque action grâce à une interface utilisateur.

- Intégration de solution de structure, de recherche de pic, d'indexation.
- Optimisation possible selon différents algorithmes (LS, Evolutionary, simulés recuit)
- Fitting par la méthode Le Bail.
- Analyse quantitative.
- Analyse de la microstructure (taille - déformation, anisotropie et distributions incluses).
- Analyse de texture et de contraintes résiduelles.
- MEEM et superflip algorithmes pour données de Electron Density Maps et fitting.
- Analyse sur couche mince et multi couches : épaisseur, absorption.
- Réflectométrie par différents modèles.
- Fonctionne avec les images de diffraction TEM et de dispersion électronique.
- Plusieurs fichiers de données d'entrée formats.
- Traitement sur images 2D de diffraction de rayons X possible.
- Conformité CIF pour correspondance avec des bases de données **[16]**.

# ***Chapitre II. Techniques expérimentales :***

## ***II.1. Alliage utilisé :***

L'étude présentée dans ce travail est faite sur un alliage AA6063 dont la composition chimique est donnée dans le tableau 4 .

L'élaboration de cet alliage est effectuée au moyen d'un four à induction et la coulée est faite dans un moule métallique.

**Tableau 4: Composition chimique de l'alliage étudié :**

Si	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ni
0.354	0.231	0.462	0.036	0.026	0.014	0.0045

## ***II.2 . Traitement d'homogénéisation après la coulée:***

L'alliage est porté à une température aussi élevée que possible (environ 560°C) dans un four sous vide, pour permettre la dissolution de la phase Mg<sub>2</sub>Si et l'atténuation des microségrégations dus à la coulée, Pour écarter tout risque de fusion partielle, cette température doit rester inférieure à la température eutectique et à la température de fusion des phases intermétalliques éventuellement présentes. En effet, une fusion partielle d'un composant de l'alliage rend la pièce inutilisable. La durée de maintien de la température est de l'ordre de 24 heures et la température est contrôlée avec une précision de  $\pm 5^{\circ}\text{C}$ . le lingot est homogénéisé dans un four sous vide

## ***II.3. Préparation des échantillons :***

### ***II.3.1. Découpage des échantillons :***

Le découpage s'est fait à l'aide d'une micro-tronçonneuse munie d'un disque diamanté qui permet de faire des coupes avec une précision métallographique et avec une perte minime du matériau. Les dimensions des échantillons destinés à la Diffraction par rayons X sont : 100mm<sup>2</sup>de surface x 1mm d'épaisseur.

Une bonne lubrification est nécessaire afin de refroidir le disque de coupe. Elle permet également d'éviter l'endommagement de l'échantillon dû à la chaleur créée par friction, et de ne pas les brûler.

En métallographie, la structure de l'échantillon à prélever ne doit pas être modifiée lors du tronçonnage.

### ***II.3.2 Polissage mécanique.***

Le polissage est basé sur l'utilisation de papiers abrasifs à grains de plus en plus fins afin d'obtenir une surface optimale pour l'étude. Il faut donc polir progressivement pour effacer les imperfections, rayures et autre, et faire disparaître les dommages et les déformations de la surface. Pour cela, nous avons utilisé des disques de papiers abrasifs à grains décroissants (800P, 1000P, 1200P, 2000P et 2500P) placés sur des plateaux tournant à des vitesses de 300 à 400 trs/mn.

Le polissage de finition est ensuite accompli sur les draps feutre à suspension De pate diamantée, de taille des grains de 1µm, dans le but d'éliminer les rayures persistantes issues du polissage.

Enfin nous procédons à un polissage final sur un papier feutre imbibé d'eau afin d'éliminer les éventuelles particules incrustées.

## ***II.4. Analyse par diffraction des rayons X***

Lors des traitements thermiques que subit le métal, différentes réactions peuvent avoir lieu : transformation de phases cristallines, croissance de grains, dissolution ou formation de précipités, ...etc. La diffraction des rayons X est l'une des techniques permettant le suivi de la formation des phases cristallines et de leur évolution lors d'un tel traitement.

L'identification des phases cristallines par diffraction rayons X est rendue possible grâce à la périodicité de l'arrangement atomique (structure) des cristaux qui sont uniques d'une phase à l'autre. Ces périodicités sont dues à un empilement de plans identiques dans un cristal et sont décrites par des longueurs correspondant aux distances entre les plans d'empilement.

Pour que la diffraction se produise, il faut que les ondes diffractées par les différents plans soient en phase, c'est-à-dire que la différence de marche des rayons rencontrant ces plans soit égale à un nombre entier (Figure 8). Si l'on connaît la longueur d'onde  $\lambda$  du faisceau de rayon X, on peut mesurer à partir de l'angle  $\theta$  l'équidistance  $d$  et ainsi identifier la nature du cristal. Cette distance nommée  $d_{hkl}$ , est donnée par la loi de Bragg où les indices  $hkl$  désignent la direction considérée dans le cristal:

$$2d_{hkl} \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda$$

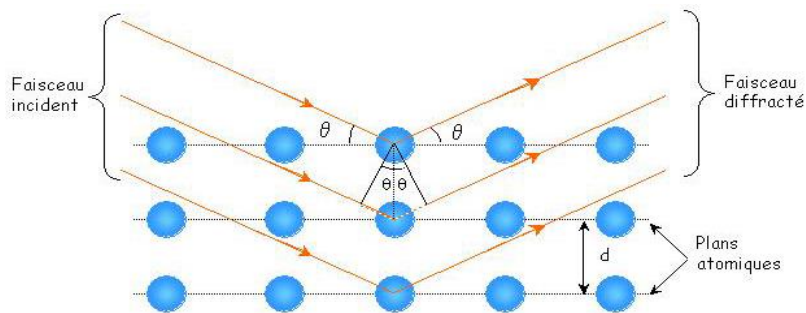
avec :

$n$  : Ordre de la diffraction.

$\lambda$ : longueur d'onde du faisceau de rayons X.

$d$  : distance entre deux plans réticulaires.

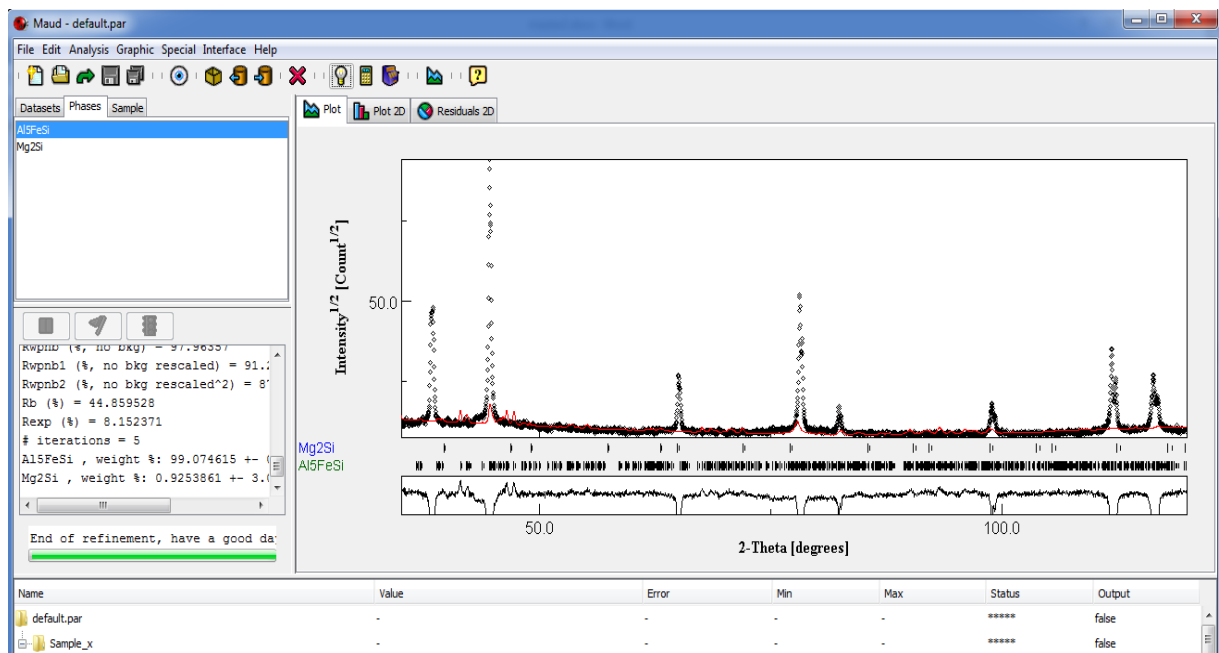
$\theta$ : angle d'incidence des rayons X.



**Figure 8: Diffraction des rayons X selon la loi de Bragg.**

L'ensemble des spectres de diffraction a été établi à l'aide d'un goniomètre 4 cercles contenant une source conventionnelle Co (foyer ponctuel). Le rayonnement X monochromatique est produit par une anticathode graphite plan (foyer ponctuel) de longueur d'onde  $\lambda = 1.7902 \text{ \AA}$ .


Les clichés de diffraction obtenus sont ensuite traités par le logiciel MAUD figure 9 .




**Figure 9: aperçu du logiciel MAUD lors de l'analyse d'un cliché DRX.**

Afin de déterminer les phases existantes, on exporte des CIF (crystallographic information files) à partir de la base de données COD : Crystallography Open Database . figures 10, 11 et 12.

www.crystallography.net/cod/index.php



# Crystallography Open Database



Open-access collection of crystal structures of organic, inorganic, metal-organic compounds and minerals, excluding **biopolymers**.


Including data and *software* from *CrystalEye*, developed by Nick Day at the *department of Chemistry*, the University of Cambridge under supervision of *Peter Murray-Rust*.

All data on this site have been placed in the public domain by the contributors.

COD Advisory Board thanks [The Research Council of Lithuania](#) for their financial support of the publication "*Crystallography Open Database (COD): an open-access collection of crystal structures and platform for world-wide collaboration*".  
*Nucleic Acids Research*. (2012) [PDF version](#)

We thank [Crystal Impact GbR](#) for their financial support of the publication "*Crystallography Open Database - an open-access collection of crystal structures*".

**COD Home**

Home  
What's new? 

**Accessing COD Data**


Browse  
Search  
Search by structural formula

**Add Your Data**

Deposit your data  
Manage depositions  
Manage release prepublications

**Documentation**

COD Wiki  
Obtaining COD  
Querying COD  
Citing COD  
COD Mirrors  
AdVICES to donators

Home  
What's new? 

Browse  
Search  
Search by structural formula

Deposit your data  
Manage depositions  
Manage release prepublications

COD Wiki  
Obtaining COD  
Querying COD  
Citing COD  
COD Mirrors  
AdVICES to donators

Figure 10: aperçu de la base de données COD

text (1 or 2 words)	<input type="text"/>
journal	<input type="text"/>
year	<input type="text"/>
volume	<input type="text"/>
issue	<input type="text"/>
DOI	<input type="text"/>
Z (min, max)	<input type="text"/> <input type="text"/>
Z' (min, max)	<input type="text"/> <input type="text"/>
1 to 8 elements	<input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/>
NOT these elements	<input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/>
volume min and max	<input type="text"/> <input type="text"/>
number of distinct elements min and max	<input type="text"/> <input type="text"/>
filters	<input type="checkbox"/> has $F_{obs}$ <input type="checkbox"/> include <b>duplicates</b> <input type="checkbox"/> include structures with errors <input type="checkbox"/> include theoretical structures
<input type="button" value="Reset"/>	<input type="button" value="Send"/>

Figure 11: fenêtre des paramètres à fournir pour chercher le CIF d'une structure, a) entrées concernant la composition chimique de la structure .



<b>a (min - max)</b>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
<b>b</b>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
<b>c</b>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
<b>alpha</b>	90	90
<b>beta</b>	90	90
<b>gamma</b>	90	90
<b>filters</b>	<input type="checkbox"/> has $F_{obs}$ <input type="checkbox"/> include <b>duplicates</b> <input type="checkbox"/> include structures with errors <input type="checkbox"/> include theoretical structures	
<input type="button" value="Reset"/>	<input type="button" value="Send"/>	

Figure 12: aperçu fenêtre des paramètres à fournir pour chercher le CIF d'une structure dans la COD, b) entrées concernant les paramètres de maille.

Après le lancement de la recherche, on pourra télécharger les CIF :figure 2.7, afin de les utiliser dans la base de données du logiciel MAUD.

**COD Home**

Home  
What's new?

---

**Accessing COD Data**

Browse  
Search  
Search by structural formula

---

**Add Your Data**

Deposit your data  
Manage depositions  
Manage/release prepublications

---

**Documentation**

COD Wiki  
Obtaining COD  
Querying COD  
Citing COD  
COD Mirrors  
Advices to donators  
Useful links

## Search results

Result: there are 1718 entries in the selection

[Switch to the old layout of the page](#)

Download all results as: [list of COD numbers](#) | [list of CIF URLs](#) | [data in CSV format](#) | [archive of CIF files \(ZIP\)](#)

Searching elements including Al, Fe, Si

◀◀ First | ◀ Previous 20 | Page 1 of 86 | Next 20 ▶▶ | Display 20 50 100 200 300 500 1000 entries per page

COD ID ▲	Links	Formula ▲	Space group ▲	Cell parameters	Cell volume ▲	Bibliography
<a href="#">1000035</a>	<a href="#">CIF</a>	Al <sub>0.34</sub> Ca <sub>0.6</sub> Fe <sub>0.2</sub> Mg <sub>0.9</sub> Na <sub>0.1</sub> O <sub>6</sub> Si <sub>1.82</sub>	<a href="#">C 1 2/c 1</a>	9.699; 8.844; 5.272 90; 106.97; 90	432.5	Clark, J.R.; Appleman, D.E.; Papike, J.J. Crystal-Chemical Characterization of Clinopyroxenes based on Eight New Structure Refinements <i>Mineralogical Society of America: Special Papers</i> . <b>1969</b> , <i>2</i> , 31-50
<a href="#">1000038</a>	<a href="#">CIF</a>	Al Fe H <sub>2</sub> K Mg <sub>2</sub> O <sub>12</sub> Si <sub>3</sub>	<a href="#">C 1 2/m 1</a>	5.345; 9.258; 10.222 90; 100.23; 90	497.8	Brigatti, M.F.; Davoli, P. Crystal structure refinement of 1M plutonic biotites <i>American Mineralogist</i> . <b>1990</b> , <i>75</i> , 305-313
<a href="#">1001031</a>	<a href="#">CIF</a>	Al <sub>3.36</sub> Ca <sub>0.86</sub> Fe <sub>0.41</sub> H <sub>16.74</sub> Mg <sub>4.04</sub> O <sub>30.42</sub> Si <sub>5.53</sub> Ti <sub>0.08</sub>	<a href="#">C 1 2/m 1</a>	5.351; 9.262; 15.03 90; 96.83; 90	739.6	de la Calle, C.; Pezerat, H.; Gasperin, M. Problemes d'ordre-desordre dans les vermiculites structure du mineral calcique hydrate a 2 couches <i>Journal de Physique (Paris), Colloque</i> . <b>1977</b> , <i>38</i> , 128-133
<a href="#">1001818</a>	<a href="#">CIF</a>	Al <sub>1.15</sub> Ba <sub>0.04</sub> Cr <sub>0.01</sub> Fe <sub>0.25</sub> H <sub>2</sub> K <sub>0.89</sub> Mg <sub>1.57</sub> Mn <sub>0.4</sub> Na <sub>0.1</sub> O <sub>12</sub> Si <sub>2.92</sub> Ti <sub>0.07</sub> Zn <sub>0.54</sub>	<a href="#">C 1 2/m 1</a>	5.34; 9.524; 10.235 90; 100.07; 90	512.5	Robert, J.L.; Gasperin, M. Crystal Structure Refinement of Hendricksite, a Zn- and Mn-rich Trioctahedral Potassium Mica: a Contribution to the Crystal Chemistry of Zinc-Bearing Minerals <i>TMPM, Tschermaks Mineralogische und Petrographische Mitteilungen (1970-)</i> . <b>1985</b> , <i>34</i> , 1-

Figure 13: Résultats d'une recherche sur la base de données COD avec liens pour télécharger les CIF des structures proposées.

# Chapitre III. Résultats et interprétations :

## III.1 Présentation des résultats :

Les diagrammes de diffraction des rayons X des échantillons prélevés des deux alliages (A : à l'état brut et B : après homogénéisation). Sont représentés sur la figure 14, et figure 15.

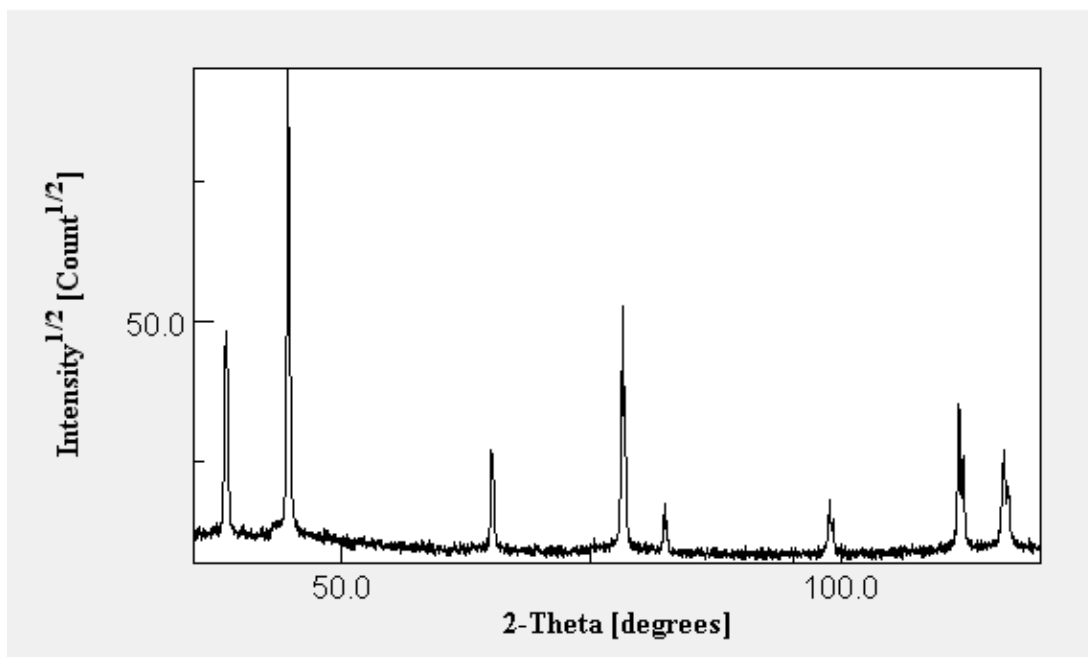


Figure 14: Diagramme de diffraction de l'échantillon A : alliage après la coulée.

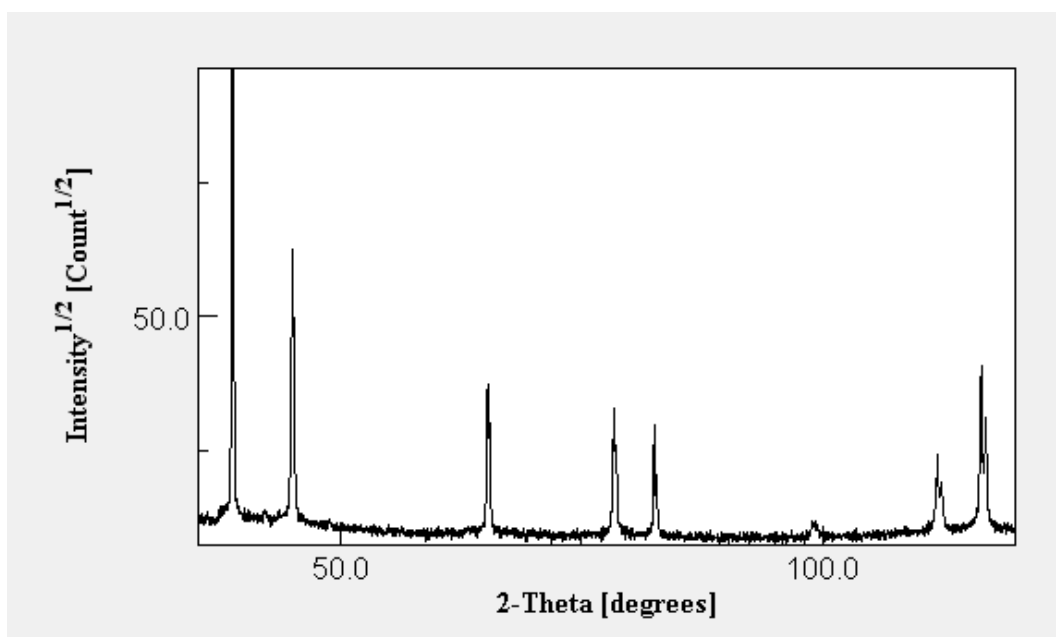


Figure 15: Diagramme de diffraction de l'échantillon B : alliage homogénéisé.

Afin d'étudier les diffractogrammes, on utilise le MAUD Software, la première étape est d'introduire les fichiers CIF des phases qui peuvent exister selon la bibliographie .

Dans notre cas, ce sont (Al, Mg<sub>2</sub>Si,Al<sub>5</sub>FeSi) pour l'échantillon A : non homogénéisé. Sachant que le taux de fer n'est pas assez élevé, quelques intermétalliques sont négligés ( Al<sub>12</sub>(Fe,Mn)<sub>3</sub>Si et Al<sub>24</sub>(Fe,Mn)<sub>6</sub>Si<sub>2</sub> ). La figure 16 montre le spectre calculé de l'aluminium dont le CIF est introduit précédemment ,en utilisant la commande : « Compute spectra » .

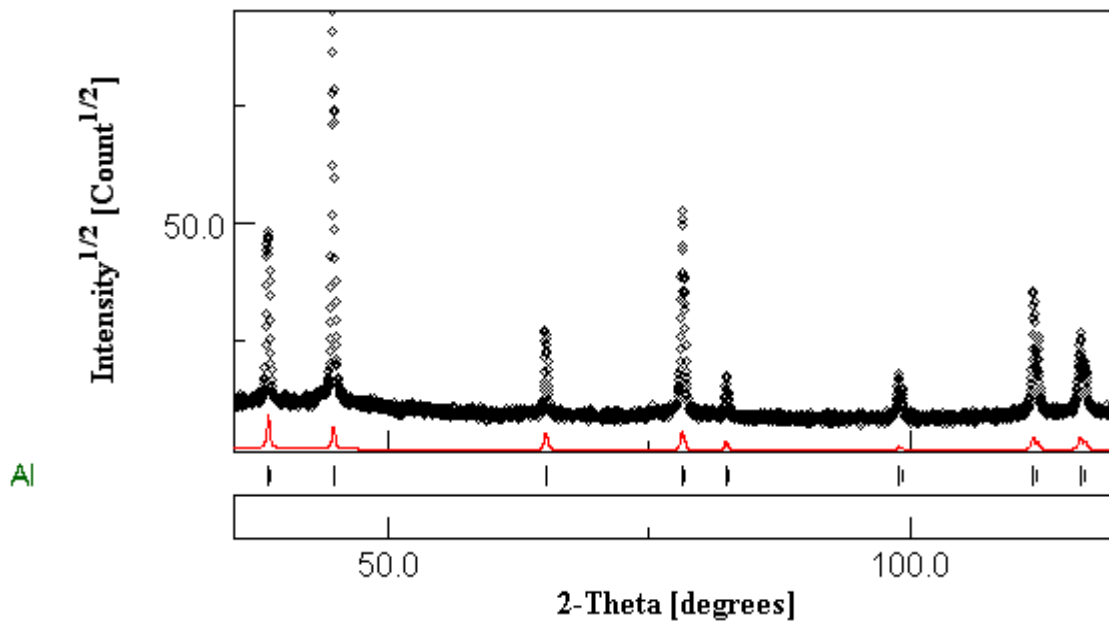


Figure 16: Résultat du calcul spectral de l'échantillon A en introduisant que Al comme phase.

Afin de centrer les pics d'aluminium du spectre théorique avec ceux du spectre expérimental, quelques paramètres sont à modifier **figure 17** jusqu'à l'obtention des résultats voulus.on utilise la commande « refinement wizard » pour avoir le fitting des deux spectres théorique et expérimental **figure 18** les résultats obtenus montrent des pics non « fittés) ce qui indique l'insuffisance des données introduites , donc on ajoute le CIF de la phase Mg<sub>2</sub>Si **figure 19** .

Name	Value	Error	Min	Max	Status	Output
LingotB_Brute de coul						
● _pd_meas_counts_monitor	40.0	0.0409995	0.0	10.0		
● _riet_par_spec_displac_x_2R	0	0.0	-10.0	10.0		
● _riet_par_spec_displac_z_2R	0	0.0	-10.0	10.0		
● _riet_par_fluo_diff_scale	1.3609	0.0	0.0	100.0		
Al						
● _cell_length_a	4.0536156	1.2209135E-4	5.0	30.0	Refined	false
● _riet_par_strain_thermal	-0.0409995		-0.1	0.1	Fixed	false
● _exptl_absorpt_cryst_size	5.0E-4	0.0	0.001	100.0	Fixed	false
● _riet_par_phase_scale_factor	0.6	0.0409995	0.0	100.0	Fixed	false

Figure 17: réglages des paramètres

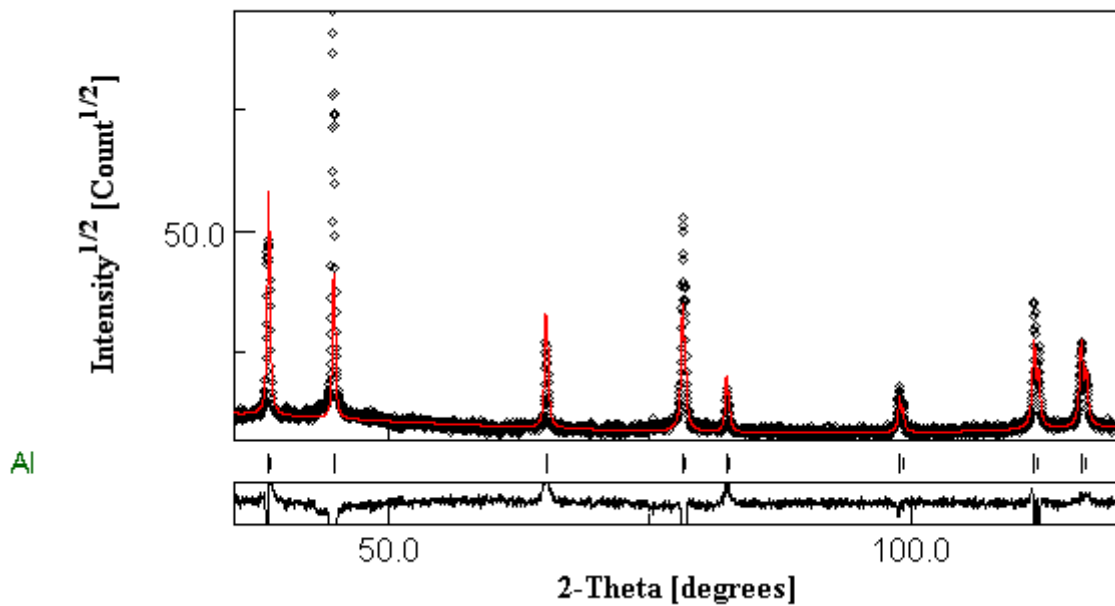


Figure 18. Résultat du fitting du spectre théorique de l'aluminium sur le spectre de l'échantillon A.

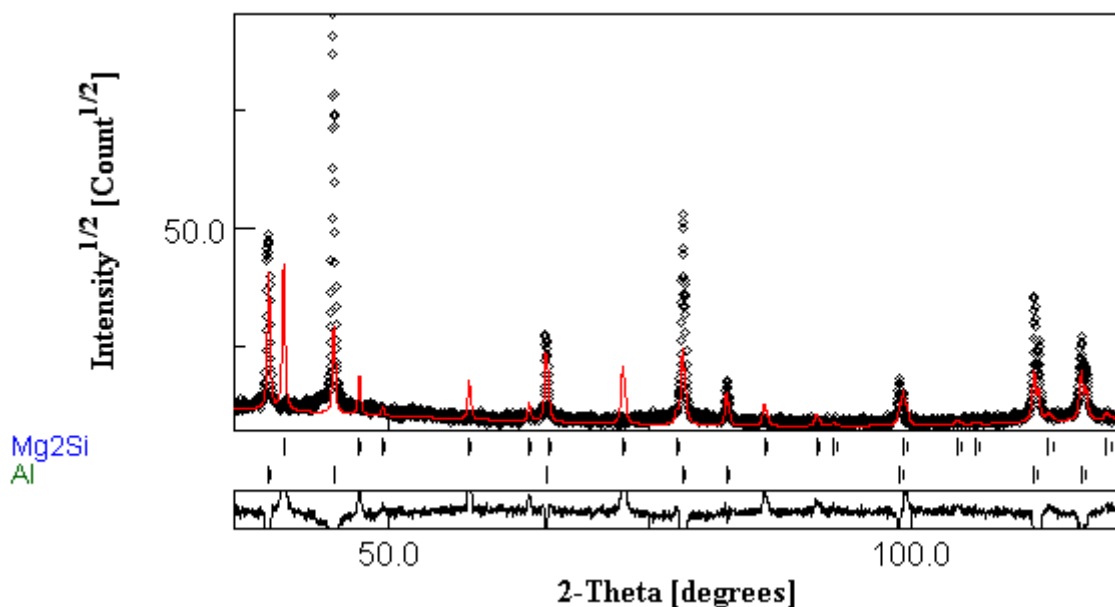


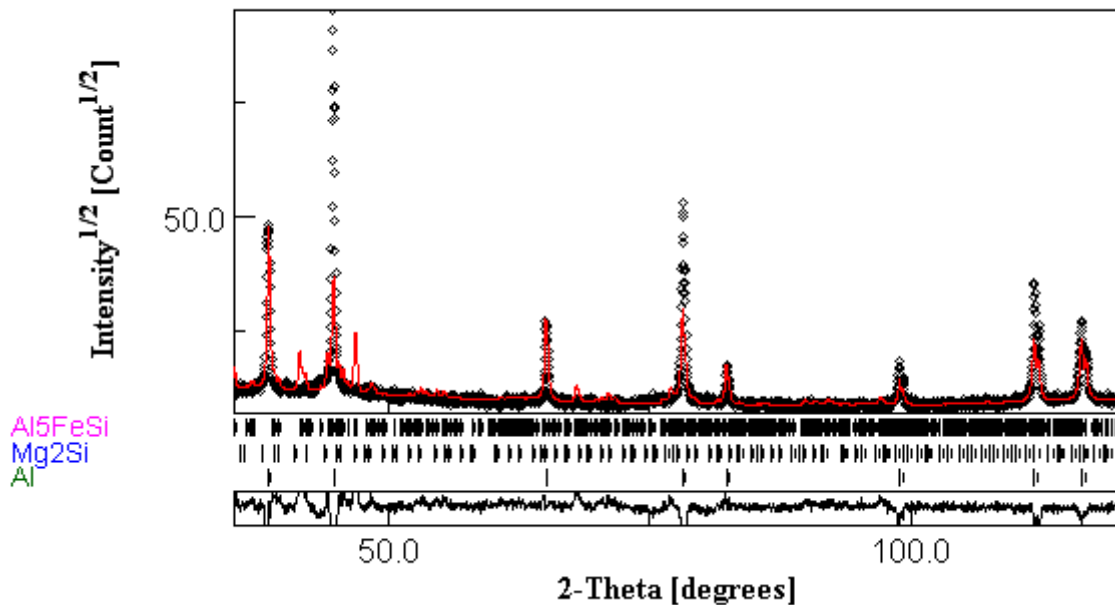
Figure 19: Résultat du calcul spectral du Mg<sub>2</sub>Si et Al

En calculant le spectre théorique des deux phases : Mg<sub>2</sub>Si et Al on remarque d'autres pics qui correspondent à la phase Mg<sub>2</sub>Si où les pics théoriques de cette dernière se superposent avec ses pics expérimentaux avec des intensités différentes, pour régler ce problème on modifie d'autres paramètres **figure 20**, d'autres pics dans le diagramme expérimental n'ont pas encore de superposables sur le diagramme théorique ce qui nous incite à ajouter le CIF d'une autre phase qui soit probablement présente dans notre alliage, cette phase est l'intermétallique Al<sub>5</sub>FeSi .on modifie

ses paramètres convenablement et on lance le calcul du spectre des trois phases : l'aluminium , le Mg<sub>2</sub>Si et le Al<sub>5</sub>FeSi **figure 21** , après réglages des paramètres **figure 22** on lance « le wizard refinement » qui donne le résultat final **figure 23**.

ame	Value	Error	Min	Max
● <b>_cell_length_a</b>	6.366401	0.00409995	5.0	30.0
● <b>_riet_par_strain_thermal</b>	0	0	-0.1	0.1
● <b>_exptl_absorpt_cryst_size</b>	0	0	0.001	100.0
● <b>_riet_par_phase_scale_factor</b>	0.15	0	0.0	100.0
Isotropic	-	-	-	-
Matrix Structure	-	-	-	-

**Figure 20:**Réglages des paramètres de « refinement » du Mg<sub>2</sub>Si .



**Figure 21:** Résultats du calcul spectral des 3 phases : Al , Mg<sub>2</sub>Si et Al<sub>5</sub>FeSi

	Value	Error
● <b>_cell_length_b</b>	6.36181β	0.016309906
● <b>_cell_length_c</b>	20.8093	3.0
● <b>_cell_angle_beta</b>	91.000	10.0
● <b>_riet_par_strain_thermal</b>	0	0
● <b>_exptl_absorpt_cryst_size</b>	0	0

**Figure 22:**réglages à faire

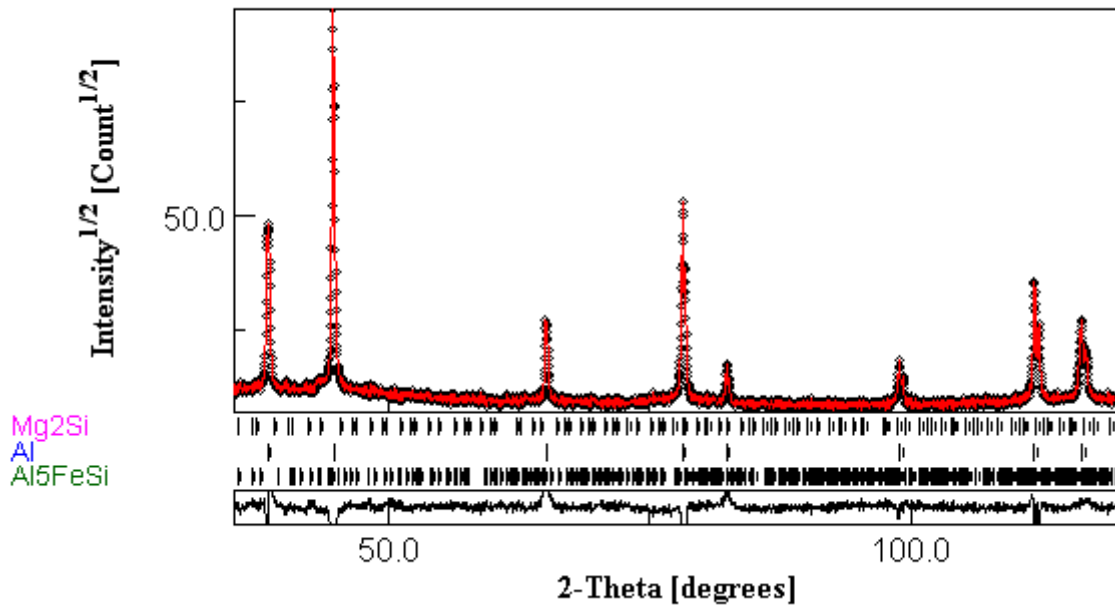


Figure 23: Spectres calculé et expérimental superposé par le lancement du « Wizard refinement » de l'échantillon A : non homogénéisé.

Les mêmes étapes faites pour l'échantillon A : non homogénéisé sont refaite pour l'échantillon B : Homogénéisé et on obtient le résultat représenté dans la **figure 24**

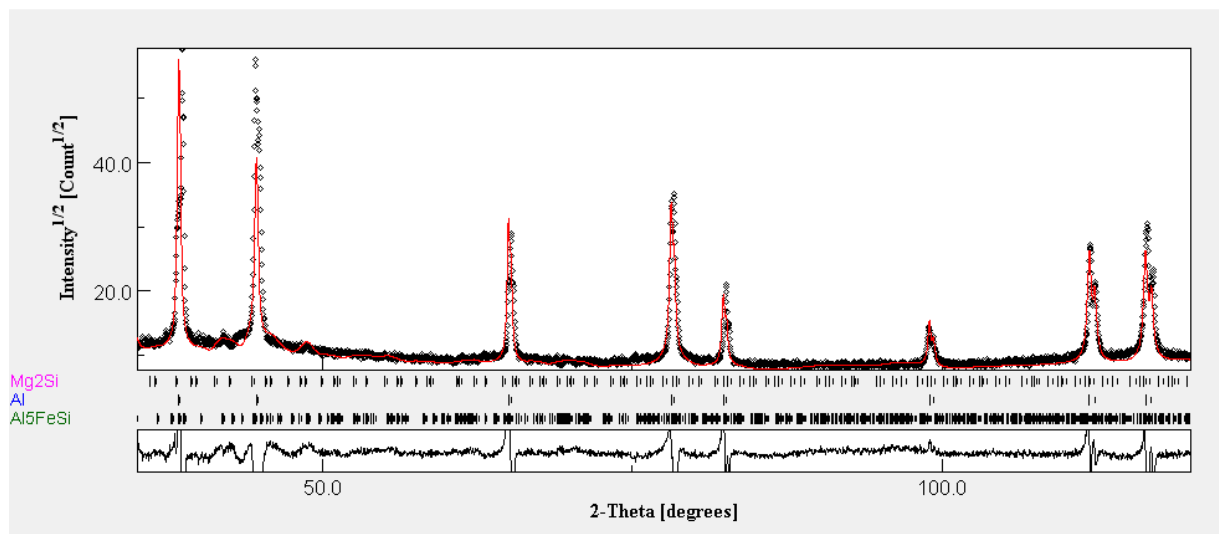


Figure 24: Spectres calculé et expérimental superposé par le lancement du « Wizard refinement » de l'échantillon B : homogénéisé.

Les phases introduites lors du refinement et du diffractogramme de l'échantillon B devraient être l'aluminium , le  $Al_5FeSi$  le  $Mg_2Si$ , le  $Al_{12}(Fe,Mn)_3Si$  , et les dispersoïdes en chrome ( $Al(Cr-Mn,Fe)Si$  ,  $AlCrSi$ ) ; on a utilisé que les trois premiers à cause de l'inexistence des CIF files des autres phases au niveau de la base de donnée CIF, l'effet de cette insuffisance est remarquable dans **la figure 25** où on peut distinguer facilement des pics non superposés .

La figure 25 représente une section du spectre zoomée dans une région à grands angles, les pics les plus intenses correspondent à l'aluminium et leur doublement correspond aux raies  $K\alpha_1$  et  $K\alpha_2$  du cuivre.

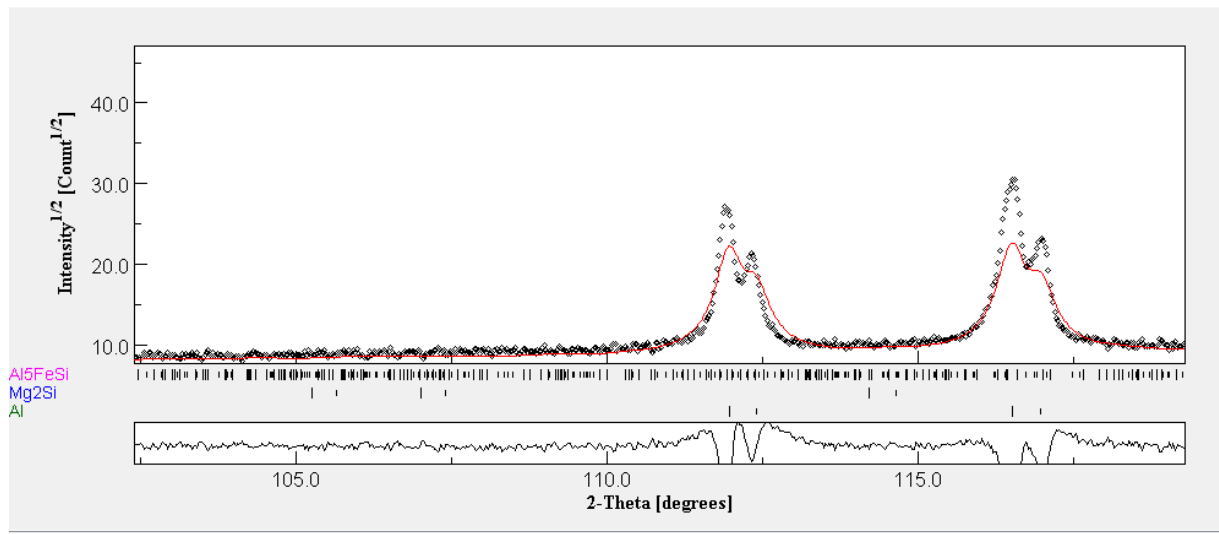


Figure 25: pics d'aluminium doublés représentant les raies  $K\alpha_1$  et  $K\alpha_2$ .

### III.2. Indexation des diffractogrammes des échantillons A et B :

#### III.2.1 Echantillon A (non homogénéisé) :

Les pics les plus intenses correspondent à l'aluminium tableau 5:

Tableau 5: résultats du dépouillement du spectre de l'échantillon A des raies les plus intenses :

2 $\theta$	h	K	L
38.43	1	1	1
46.67	2	0	0
64.02	2	2	0
78.36	3	1	1
82,33	2	2	2
98.87	4	0	0
111.77	3	3	1
116.38	4	2	0

Les pics les moins intenses appartiennent aux phases  $Mg_2Si$  et  $Al_5FeSi$  **tableau 6** et **tableau 7** :

**Tableau 6: Indices hkl des raies de la phase  $Mg_2Si$**

<b>2<math>\theta</math></b>	<b>h</b>	<b>K</b>	<b>L</b>
<b>39.84</b>	6	4	2
<b>47.24</b>	7	5	1
<b>57.75</b>	8	6	2
<b>72.75</b>	12	4	0
<b>99.87</b>	13	7	7
<b>105.27</b>	15	7	3
<b>115.14</b>	16	8	0

**Tableau 7: Indices hkl des raies de la phase  $Al_5FeSi$**

<b>2<math>\theta</math></b>	<b>h</b>	<b>K</b>	<b>L</b>
<b>37.24</b>	1	1	7
<b>44.64</b>	2	1	7
<b>53.74</b>	3	2	0
<b>61.92</b>	4	1	3
<b>69.35</b>	4	2	4
<b>80.56</b>	4	1	11
<b>88.00</b>	-5	2	6
<b>107.17</b>	4	4	10
<b>118.78</b>	7	1	3

### ***III.2.2.Echantillon B :***

Les pics les plus intenses concernent la matrice d'aluminium dont la structure est CFC, **tableau 8**. Les résultats du dépouillement du spectre relatif à la phase  $Al_5MgSi$  sont représentés dans le **tableau 9** , une autre phase existe dans l'échantillon B de l'alliage homogénéisé, les positions ses pics principaux sont énumérés dans le **tableau 10**.

Il n'est pas encore confirmé que La phase  $Mg_2Si$  existe dans l'alliage car ses pics se coïncident avec ceux d'autres phases, donc soit elle n'existe pas , soit ses informations sont superposées avec celles d'une /des autres phases. A cause de cela les informations de cette phase sont représentées dans le **tableau 11**.



**Tableau 8: indices hkl des raies les plus intenses (aluminium).**

<b>2θ</b>	<b>H</b>	<b>K</b>	<b>L</b>
<b>38,24</b>	1	1	1
<b>44,67</b>	2	0	0
<b>64,95</b>	2	2	0
<b>78,13</b>	2	2	2
<b>82,26</b>	3	1	1
<b>98.87</b>	4	0	0
<b>113.57</b>	3	3	1
<b>116.37</b>	4	2	0

**Tableau 9: indice hkl des raies du  $Al_5FeSi$  :**

<b>2θ</b>	<b>H</b>	<b>K</b>	<b>L</b>
<b>36.73</b>	1	1	7
<b>40.74</b>	2	2	0
<b>46.34</b>	0	3	1
<b>50.44</b>	1	3	3
<b>61.35</b>	0	3	9
<b>69.35</b>	4	0	8
<b>81.06</b>	5	1	5
<b>99.7</b>	6	1	5
<b>106.97</b>	-3	1	19
<b>114.27</b>	5	2	14

**Tableau 10: Indices hkl de  $Mg_2Si$  :**

<b>2θ</b>	<b>h</b>	<b>K</b>	<b>L</b>
<b>36.03</b>	5	3	3
<b>39.34</b>	5	5	1
<b>48.24</b>	5	5	5
<b>63.05</b>	8	8	0
<b>109.62</b>	10	10	10

### III.2.3 Indexation des deux spectres :

La superposition des deux spectres (A : non homogénéisé) et (B : homogénéisé) donne les résultats montrés dans la figure 26 , où on remarque un décalage léger en position (plus clair dans la figure 27) et un changement en intensité des pics d'aluminium ,le décalage est probablement dû à des petits changements en paramètres de maille qui sont le résultat du traitement de l'homogénéisation qui a permis l'atténuation des microségrégations et la dissolution des Mg<sub>2</sub>Si grossiers .

Le changement en intensité des pics d'aluminium est probablement dû à l'effet de texture dû à la solidification.

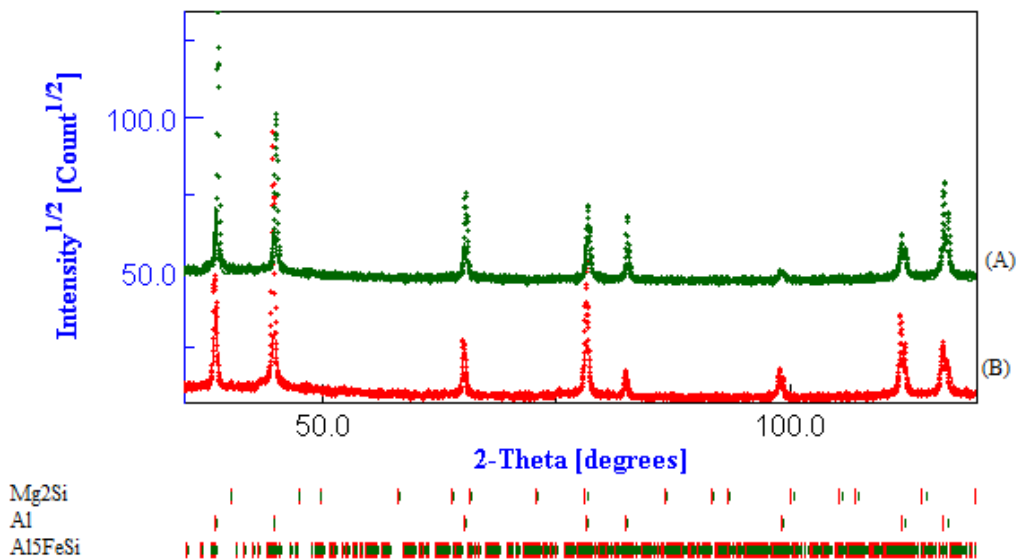
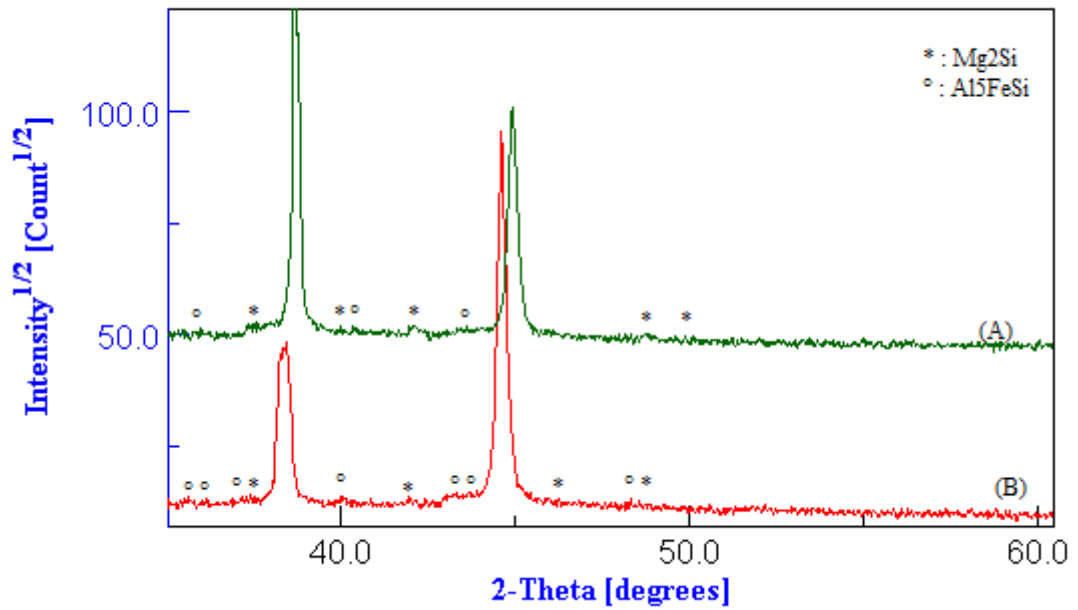
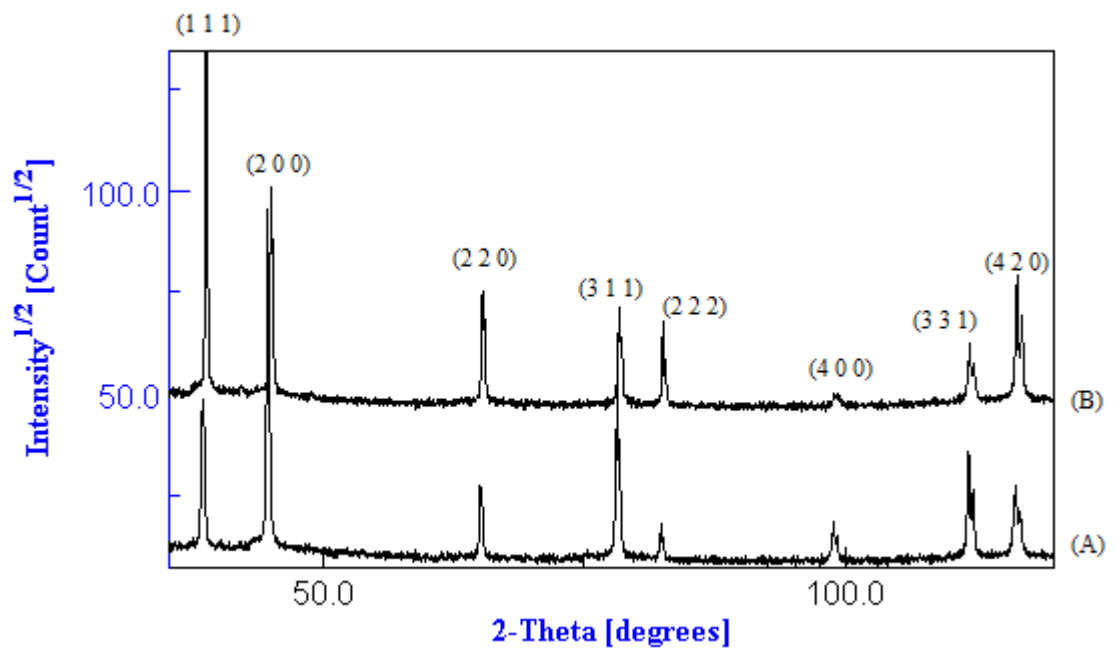


Figure 26. résultat de la superposition des deux spectres



**Figure 27: Positions des pics de Mg<sub>2</sub>Si et Al<sub>5</sub>FeSi**

L'indexation des pics d'aluminium est l'attribution des plans respectifs aux pics sont montrés dans la figure 28.



**Figure 28 : Indexation des pics d'aluminium**

## ***Conclusion et perspectives :***

Cette étude a pour objectif l'indexation des pics de phases micrométriques observées à l'état brut et homogénéisé dans les alliages d'aluminium par le logiciel MAUD .

Les résultats d'analyse par diffraction des rayons X de l'échantillon (A brut ) a conduit à identifier les phases dans l'alliage 6063 brut comme étant le  $\alpha$ -Aluminium en matrice , une phase dispersoïde de type :  $\text{Al}_5\text{FeSi}$  et une phase grossière de  $\text{Mg}_2\text{Si}$  . le calcul du spectre simulé et Son fitting avec le spectre expérimental ont permis de faire une analyse quantitative approximative des phases identifiées.

Les résultats de l'analyse par diffraction des rayons X de l'échantillon (B homogénéisé) a conduit à identifier les phases dans l'alliage 6063 brut comme étant le  $\alpha$ -Aluminium en matrice , une phase dispersoïde de type :  $\text{Al}_5\text{FeSi}$  et des traces de la phase  $\text{Mg}_2\text{Si}$  .

L'indexation des différentes phases dans les deux échantillons a été faite numériquement ce qui a permis de visualiser les plans cristallographiques de toutes les phases même celles ayant des pics à faibles intensités.

Le fitting des deux spectres (simulé et expérimental) de l'échantillon homogénéisé n'était pas aussi parfait que celui à l'état brut, ce qui montre l'insuffisance des informations introduites au logiciel (input). Lorsque les fichiers CIF des phases existantes dans l'alliage ne sont pas disponibles le fitting néglige les pics de ces phases, donc l'analyse faite est incomplète et insuffisante.

dans le cas où les phases cristallographiques d'un échantillon ne sont pas connues, l'identification de ces phases devient impossible en utilisant seulement le MAUD software .

## ***Références Bibliographie :***

- [1]. D.Maisonnete. « Influences mécaniques et métallurgiques de procédés haute température sur un alliage d'aluminium 6061-T6 ». Thèse de doctorat. INSA. Lyon (2010).
- [2]. A. Haddouche « Caractérisation physicochimique des alliages d'aluminium utilisés comme matériau de revêtement mural ».Mémoire de master. Université Med khyder Biskra (2014).
- [3].C.Vargel « Corrosion de l'aluminium » (P19 ). Dunod PARIS (1999) .
- [4].E.L Din – Ştirbu « Comportement à la corrosion des alliages d'aluminium utilisés dans l'industrie automobile pour la fabrication de radiateur de chauffage ». Thèse de doctorat. Université de Pitesti Roumanie et INSA Lyon (2005).
- [5].G.E Totten D.S Mackenzie .« Handbook of aluminum, vol1:physical metallurgy and processes ». Pages (33). Marcel Dekker Inc, New York (2003).
- [6]. R.Develay « TECHNIQUES DE L'INGENIEUR ». M438 (1992).
- [7]. <http://www.vosbltd.com/site/wp-content/uploads/2015/10/extrusion-basic-metallurgy.pdf>
- [8]. **Metals Handbook**, Vol.2 - Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, ASM International 10th Ed. 1990.
- [9].M.J Couper “Selecting the Optimum Mg and Si Content for 6xxx Series Extrusion Alloys”. Proceedings of the 12th International Conference on Aluminium Alloys,(2010) Japan.
- [10]. Y.Chen « Comportement et endommagement des alliages d'aluminium 6061-T6 Approche micromécanique » thèse de doctorat Paris (2012).
- [11].S.Bouchoucha « Caractérisation Microstructurale d'un Alliage Al Mg Si extrudé » thèse de Magister , Biskra (2008).
- [12].G. Farhadi , C. Morvari « Les effets des éléments de trace sur les caractéristiques des alliages de type 6XXX pour les applications automobiles » (1999).
- [13] D.Watson “Microstructure and Mechanical Properties of Ductile Die-cast Al-Mg-Si-Mn Alloys” these de doctorat London (2015).
- [14]. Z.Zovko,J.Kalinic,T.Holjevac “Study of low pressure die casting AlSi11 alloy solidification”, Proceedings of the 72nd World Foundry Congress , Nagoya, Japan, (2016).
- [15].D.Racine « effet du temps et de la température sur L'homogénéisation d'un alliage d'aluminium AA6061 Destiné au forgeage à chaud » Québec (2009).
- [16]. <http://www.ing.unitn.it/~luttero/> .