

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE

**ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE D'ALGER**

**DEPARTEMENT DE Métallurgie**



Département de Métallurgie  
Laboratoire de Génie Sismique et de Dynamique des Structures  
Mémoire de Master  
En vue de l'obtention du diplôme de master en Génie des Matériaux

**Corrélation des pics des phases métastables  
observées aux pics de microdureté dans les alliages  
d'aluminium 6063**

Présenté par :

***OUFAIDA Amine***

Sous la direction de : ***Pr. M. BOUABDALLAH*** Enseignant à l'école nationale polytechnique  
d'Alger

Présentée et soutenue publiquement le (11/10/2016)

**Composition du jury :**

Président : ***M. LARIBI***

Professeur à l'ENP

Promoteur : ***M. BOUABDALLAH***

Professeur à l'ENP

Examineur : ***A. KASSER***

Maitre de Conférences à l'ENP

**ENP 2016**

## ملخص :

هذا العمل يتمثل في دراسة الانعكاسات الناجمة عن دراسة خليط ألومنيوم 6063 بالأشعة السينية باستعمال تطبيق MAUD والتعرف على الأطوار الموجودة في هذا الخليط المعالج حرارياً

**الكلمات المفتاحية :** الخليط المعدني الألومنيوم 6063 ( Al-Mg-Si ) ، الإزمان الحراري ، الأشعة السينية، تطبيق MAUD .

### **Abstract:**

This study is about the analysis of the X Rays diffraction diagrams of a 6063 aluminum alloy using MAUD (Material analysis using diffraction) program and identifying the phases observed at picks of microhardness in this alloy .

**Key words:** Aluminum alloys 6063, aging treatments, XRD, metastable phases, MAUD.

### **Résumé**

Ce travail étudie les diagrammes de diffractions des rayons X obtenus aux pics des micro-dureté d'un alliage d'aluminium 6063 en utilisant un logiciel d'analyse de diffractogrammes MAUD et identifie les phases métastables présentes à cet état.

**Mots clés :** Alliages d'aluminium 6063, vieillissement thermique, DRX, phases métastables, MAUD.

*Dédicaces*

*À mes très chers parents ;*

*À mes frères et mes sœurs ;*

*À toute ma famille ;*

*À tous mes camarades et collègues ;*

*À tous ceux qui me sont chers*

*Je dédie ce travail.*

*OUFAIDA Amine*

## Remerciements

---

Je remercie, en premier lieu, notre Dieu le très miséricordieux qui a bien voulu nous donner la force et le courage d'effectuer le présent travail.

Je tiens à remercier mes deux promoteurs Pr. M. BOUABDALLAH et Mr. Oussama DJEMA pour avoir accepté de m'encadrer et de me soutenir durant les moments difficiles de l'élaboration de ce projet.

Je remercie Mr. M. Laribi d'avoir accepté de présider le jury de ma soutenance.

Je remercie Mr. A. Kasser d'avoir accepté d'examiner mon travail.

Je remercie Monsieur ALI SARI du CRNB.

Je remercie aussi à tous les enseignants de l'Ecole Nationale Polytechnique, en particulier ceux du Département de Génie des Matériaux, pour nous avoir offert un agréable cadre de formation.

Que toute personne ayant contribué de près ou de loin à l'aboutissement de ce travail, trouve ici l'expression de mes vifs remerciements et mon profonde gratitude.

# Table des Matières

---

---

## Table des Matières

Table des figures

Liste des tableaux

Introduction Générale .....	9
Introduction générale : .....	10
Chapitre I : Les alliages Al-Mg-Si .....	11
I.1. Introduction : .....	12
I.2. Alliages d'aluminium de la série 6xxx : .....	12
I.2.1. La précipitation dans les Al-Mg-Si : .....	13
I.2.1.1. Sans excès de silicium.....	13
I.2.1.2. Avec excès de silicium.....	13
I.3. Alliage 6063 : .....	13
Chapitre II : Chronologie du phénomène de précipitation dans les alliages d'aluminium de la série 6xxx.....	15
II.1. Introduction : .....	16
II.2. Chronologie du phénomène de précipitation des alliages de la série 6xxx : .....	16
II.3. Précipitation et comportement mécanique des 6000 .....	18
Chapitre III : Matériaux et techniques expérimentales.....	20
III.1. Introduction.....	21
III.2. Identification du matériau étudié .....	21
III.3. Les traitements thermiques .....	21
III.4. Diffraction des Rayons X .....	22
III.5. MAUD Software (Materials Analysis Using Diffraction):.....	23
III.5.1. Description du MAUD .....	23
III.5.2 Principales caractéristiques du MAUD software : .....	23
Chapitre IV : Résultats et interprétations .....	25
IV.1. Introduction : .....	26
IV.2. Résultats de la micro-dureté : .....	26
IV.3. Résultats de la diffraction des rayons X .....	27
IV.3.1. Digrammes de diffraction des rayons X.....	27
IV.4. Traitements des diagramme ( MAUD) : .....	28
IV.4.1. Introduction des diagrammes .....	28
IV.4.2. Introduction des phases : .....	30
Conclusion générale : .....	36

## Table des Matières

---

Références Bibliographiques : .....	38
-------------------------------------	----

### Liste des figures

Figure II.1 : Structure monoclinique de la phase $\beta''$ .....	17
Figure II.2 : Structure hexagonale de la phase $\beta'$ .....	17
Figure II.3 : Structure CFC de la phase $\beta$ .....	17
Figure II. 4: Evolution du durcissement structural en fonction du type de précipité pour la série 6xxx.....	19
Figure III.1 : Représentation schématique des séquences des traitements thermiques utilisées. ....	22
Figure III. 2: Principe de la loi de Bragg.....	22
Figure III.3 : Aperçu de l'interface du logiciel MAUD. ....	24
Figure IV.1 : Micro-dureté des trois traitements effectués.....	26
Figure IV.2 : Diagrammes de DRX obtenues aux pics de microduretés.....	27
Figure IV.3 : Outil de sélection .....	28
Figure IV.4: Sélection des donnés.....	29
Figure IV.5 : Diagramme expérimental obtenu.....	29
Figure IV.6 : Sélection du fichier CIF.....	30
Figure IV.7 : Sélection des phases dans le fichier.....	31
Figure IV.8 : Simulation du diagramme théorique.....	31
Figure IV.9 : Résultats obtenu après le fit.....	32
Figure IV.3: Diffractogrammes DRX . (a) : T=175 °C, (b) : T=200 °C, (c) : T=225 °C.....	34

## Liste des tableaux

---

### Liste des tableaux

Tableau I.1 : Composition moyenne de la série 6xxx .....	12
Tableau I.2 : Composition chimique d'un 6063 .....	14
Tableau I.3 : Propriétés physiques d'un alliage 6063.....	14
Tableau III.1 : Composition chimique du matériau d'étude.....	21
Tableau IV.1 : List des échantillons qui on subit la DRX.....	27
Tableau IV.2 : Les indices des plans diffracté et leurs positions.....	32
Tableau IV.3 : Paramètres de maille obtenue après l'analyse des résultats de la DRX.....	33

## **Introduction Générale**

### **Introduction générale :**

Les alliages à base d'aluminium font l'objet de plusieurs travaux de recherche. Leur légèreté par rapport aux autres alliages utilisés, leurs excellentes propriétés mécaniques et électriques et comportement électrochimique ont permis leur exploitation dans divers secteurs d'activités industrielle. On peut citer l'industrie aéronautique, automobile ou le transport électrique.

Parmi les transformations de phases à l'état solide les plus intéressantes et qui ont longtemps attiré l'attention d'un bon nombre de chercheurs, on trouve le phénomène de précipitation qui se produit lors des traitements de vieillissement. La précipitation représente une transformation à l'état solide à partir d'une solution solide sursaturée. Pour l'aluminium, l'ajout d'éléments d'addition avec des traitements thermiques provoque la précipitation d'un certain nombre de phases dans la matrice  $\alpha$ -aluminium.

Le phénomène de vieillissement concerne certains types d'alliages d'aluminium. En général, l'alliage d'aluminium est plus résistant mais aussi moins ductile que l'aluminium pur. Il existe plusieurs familles d'alliages d'aluminium qui se distinguent par leurs éléments d'addition. On peut citer Al-Cu (série 2000), Al-Si (série 4000), Al-Mg-Si (série 6000) et les alliages Al-Mg-Zn (série 7000).

Dans ce travail, nous nous intéressons aux alliages Al-Mg-Si (série 6000) qui possèdent des propriétés mécaniques intéressantes. Le problème avec ces alliages est qu'ils subissent des changements mécaniques durant leur stockage à l'ambiante (vieillissement naturel). D'autre part, la précipitation d'une nouvelle phase à partir d'une solution solide sursaturée est la base du durcissement structural de ces alliages. Il est connu que le durcissement des alliages d'aluminium par précipitation dépend de la connaissance de la séquence de précipitation et de son influence sur leurs propriétés mécaniques.

La température de vieillissement peut favoriser la précipitation des nouvelles phases qui appauvrissent la solution solide sursaturée. De ce fait, elle réduit considérablement le potentiel de durcissement structural qui confère à ces alliages des propriétés physiques et mécaniques. Généralement, des vieillissements artificiels sont appliqués pour provoquer la formation des phases durcissantes.

L'objectif de ce travail est l'étude des diagrammes de diffraction de Rayons X obtenues aux pics de micro dureté à différentes températures (175, 200 et 225°C).

Le présent mémoire est organisé en quatre chapitres. Le premier chapitre présente des généralités sur les alliages d'aluminium de la série 6xxx et leurs propriétés mécaniques. Dans le deuxième chapitre, nous menons une étude bibliographique détaillée de la précipitation dans les alliages Al-Mg-Si. Ainsi, on y présente la chronologie des précipitations, leurs structures cristallines ainsi que l'influence de la présence de précipité sur les propriétés mécaniques de l'alliage. De plus, une synthèse de plusieurs travaux de recherche dans la thématique est fournie.

La partie expérimentale commence par la description du matériau étudié, de la procédure expérimentale et des techniques de caractérisations dans le troisième chapitre. Le quatrième chapitre rapporte en détail les résultats expérimentaux. Ils sont ensuite discutés afin d'arriver à des conclusions expérimentales.

Ce mémoire est clôturé par l'ensemble de conclusions qu'on a pu tirer de cette étude. Nous présentons également certaines perspectives qui nous semblent les plus intéressantes.

# **Chapitre I : Les alliages Al-Mg-Si**

## **I.1. Introduction :**

De nos jours, l'aluminium est un métal largement utilisé dans l'industrie, il a remplacé les métaux ferreux dans plusieurs domaines industriels. Ce chapitre va traiter en premier lieu les alliages d'aluminium de la série 6xxx, ses propriétés physiques et mécaniques, en particulier l'alliage 6063. Ensuite, on s'intéresse aussi à la chronologie de précipitations dans ces alliages.

## **I.2. Alliages d'aluminium de la série 6xxx :**

Les alliages de la série 6xxx ont comme principaux éléments d'addition le magnésium et le silicium. Ils peuvent aussi contenir du cuivre, du manganèse et d'autres éléments en plus petite quantité. En effet, l'addition de manganèse (ou de chrome) dans la plupart des alliages de la série 6xxx permet d'augmenter leur limite élastique et de contrôler la taille de grain. Le cuivre possède le même effet sur ces alliages mais lorsqu'il est présent à plus de 0.5% il peut réduire la résistance à la corrosion [1].

La composition moyenne d'un alliage de la série 6xxx est donnée dans le tableau **I.1** :

Tableau I.1 : Composition moyenne de la série 6xxx [1].

Mg	Si	Cu	Fe	Mn	Cr	Ti
0.5-1.4	0.6-1.5	≤0.1	≤0.3	≤0.1	≤0.1	≤0.1

Selon [2] les alliages de la série 6xxx présentent :

- Une bonne aptitude à la transformation à chaud par laminage, par filage et par forgeage ;
- Une bonne résistance à la corrosion, atmosphérique en particulier ;
- Un bon niveau de caractéristiques mécaniques qui peut être amélioré soit par addition de silicium (au-delà de la teneur stœchiométrique dans le précipité durcissant  $Mg_2Si$ ), soit par addition de cuivre ;
- Une bonne aptitude au soudage à l'arc, ainsi qu'au brasage ;
- Une bonne aptitude à la mise en forme à froid (cintrage de profilés, emboutissage de tôles).
- Un bel aspect de surface après brillantage ou anodisation.

La série 6xxx fait partie des alliages d'aluminium à durcissement structural. Ces alliages subissent des traitements thermiques permettant une précipitation durcissant, fine et homogène qui augmente les propriétés mécaniques de l'alliage. Bien que celle-ci ait été

considérablement étudiée, la séquence de précipitation dans la série 6xxx, très complexe, est toujours soumise à discussions. Elle dépend notamment du rapport des concentrations en magnésium et silicium ainsi que de la présence ou non de cuivre [1].

### **I.2.1. La précipitation dans les Al-Mg-Si :**

Dans ces alliages, le durcissement est assuré par la phase métastable  $\beta''$ . Cette phase est présente pour le traitement thermique au pic de dureté. Si l'alliage contient un excès de silicium on assiste à une précipitation plus fine de cette phase durcissant. Nous allons détailler la séquence de précipitation observée en fonction de la composition en silicium de l'alliage [1].

#### **I.2.1.1. Sans excès de silicium :**

Lorsque le rapport atomique Mg/Si est égal à 2 (rapport massique 1.731), la séquence de précipitation est classiquement:

**Amas d'atomes de Si  $\rightarrow$  zones GP  $\rightarrow$  précipités  $\beta''$   $\rightarrow$  précipités  $\beta'$   $\rightarrow$   $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Si**

Les zones GP sont les zones de Guinier Preston, les précipités  $\beta''$  et  $\beta'$  sont des précipités métastables dont la structure est décrite dans la suite. Cependant, des études récentes, notamment en utilisant des sondes atomiques, suggèrent que les premières étapes de la précipitation sont plus complexes. Le premier stade verrait la formation d'amas d'atomes de Si et d'amas d'atomes de Mg. Puis des co-amas de Mg et Si apparaîtraient avec la même composition chimique que les zones GP à qui ils donneraient naissance [6].

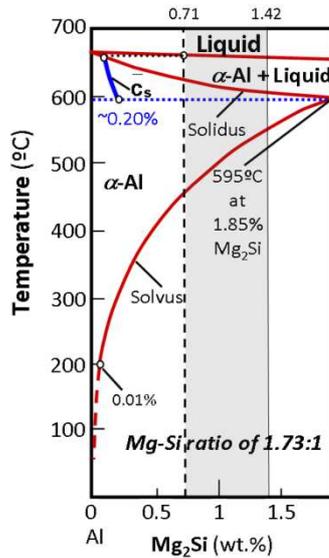
#### **I.2.1.2. Avec excès de silicium :**

L'excès de silicium par rapport à la stoechiométrie de la phase Mg<sub>2</sub>Si change considérablement les phases en présence dans les alliages Al-Mg-Si. Les chercheurs ont observé trois autres phases dans la séquence de précipitation avant l'apparition de la phase  $\beta$ . Ces phases ne sont pas décrites ici car elles sortent du contexte de notre étude. Enfin les phases d'équilibre sont soit  $\beta$  si l'excès de silicium n'est pas trop important, soit du silicium le cas échéant [1].

### **I.3. Alliage 6063 :**

La position d'un alliage 6063 dans un diagramme pseudo-binaire Al-Mg-Si est donnée dans la **figure I.1**.

## Chapitre I : Les alliages Al-Mg-Si



**Figure I.1:** Diagramme de phase pseudo-binaire Al-Mg<sub>2</sub>Si [3].

L'alliage d'aluminium 6063 est un alliage de la série 6xxx, la composition chimique de l'alliage 6063 est donnée dans le tableau I.2 ci-dessous :

Tableau I.2 : Composition chimique d'un 6063 [2].

Éléments	Mg	Si	Fe	Cu	Mn	Cr	Ni	Zn	V	Ti	Autres	
											Chaque	Total
Pourcentage pondéral (%)	0.45-0.9	0.2-0.6	≤0.1	≤0.1	≤0.1	≤0.1	—	≤0.1	—	≤0.1	≤0.05	≤0.1

Ainsi que les propriétés physiques d'un alliage 6063 sont données dans le tableau I.3 ci-dessous :

Tableau I.3 : Propriétés physiques d'un alliage 6063 [2].

Intervalle de fusion (°C)	Masse volumique ( $Kg.m^{-3}$ )	Dilatation thermique linéique $\alpha_l$ ( $10^{-6}K^{-1}$ ) 20 à 200°C	Capacité thermique massique $c$ ( $J.Kg.^{\circ}C^{-1}$ ) 0 à 100°C	Module d'élasticité $E$ (MPa)	Conductivité thermique $\lambda$ ( $W.m^{-1}K^{-1}$ ) à 20°C	Résistivité électrique $\rho$ ( $10^{-3}\mu\Omega.m$ ) à 20°C
615-655	2690	23,4	900	69500	218	29

**Chapitre II : Chronologie du  
phénomène de précipitation dans les  
alliages d'aluminium de la série  
6xxx**

## **Chapitre II : Chronologie du phénomène de précipitation dans les alliages d'aluminium de la série 6xxx**

---

### **II.1. Introduction :**

Une étude bibliographique de la chronologie du phénomène de précipitation des alliages de la série 6xxx est nécessaire afin de comprendre la morphologie et la structure des précipités qui se forment au cours du vieillissement. Ce chapitre va traiter la chronologie du phénomène de précipitations de la série 6xxx, la structure et la morphologie des précipités.

### **II.2. Chronologie du phénomène de précipitation des alliages de la série 6xxx :**

Les premières études de la précipitation dans le système ternaire Al-Mg-Si datent du milieu du siècle dernier avec les caractérisations par diffraction de rayons X des alliages d'aluminium industriels. Bien que Guinier et Lambot n'aient pu observer la présence d'amas de solutés dans la matrice après maturation à l'ambiante, notamment à cause des facteurs de diffusion extrêmement proches entre les trois éléments, le durcissement mesuré lors de la maturation a été interprété par analogie avec d'autres alliages d'aluminium comme le fait de la présence d'agrégats de solutés cristallographiquement cohérents avec la matrice. Ces zones sont communément appelées zones de Guinier-Preston (zones GP). Après revenu, la présence de zones GP commence à devenir décelable sur les diffractogrammes de Guinier et Lambot. Ces derniers interprètent les intensités diffuses observées perpendiculairement aux directions  $[001]^*$  du réseau réciproque de l'aluminium comme provenant d'amas allongés dans les directions  $\langle 001 \rangle$  de l'aluminium. Les traînées diffuses se fractionnent en cours de revenu, signe d'une mise en ordre interne de ces zones GP.

Durant les années suivantes, plusieurs auteurs ont travaillé sur ces alliages à l'aide de la diffraction X et ont pu montrer l'évolution de ces zones GP en matière de taille (diamètre et longueur) et l'effet de différentes températures de revenu. Lutts suggère par ailleurs que les zones GP sont probablement constituées d'un nombre significatif de lacunes. Finalement, un changement de structure a été démontré entre les zones GP en forme d'aiguilles maintenant dénommées  $\beta''$  et la phase  $\beta$  [4].

La séquence de précipitation communément admise pour les alliages pseudo-binaires Al-(Mg<sub>2</sub>Si) est la suivante :

**Solution solide sursaturée → Amas de solutés et/ou zones GP →  $\beta''$  en forme d'aiguilles →  $\beta'$  en forme de bâtonnets →  $\beta$  phase stable, Mg<sub>2</sub>Si en forme de plaquettes.**

Cette séquence de précipitation est une fonction décroissante de la cohérence des précipités. En effet, les zones GP (ou amas de Mg et Si) sont cohérentes. Alors que : les

## Chapitre II : Chronologie du phénomène de précipitation dans les alliages d'aluminium de la série 6xxx

---

précipités  $\beta''$  (monocliniques  $a=1.52$  nm,  $b=0.405$  nm,  $c=0.67$  nm et  $\beta=105^\circ$ ) et  $\beta'$  sont semi-cohérents.

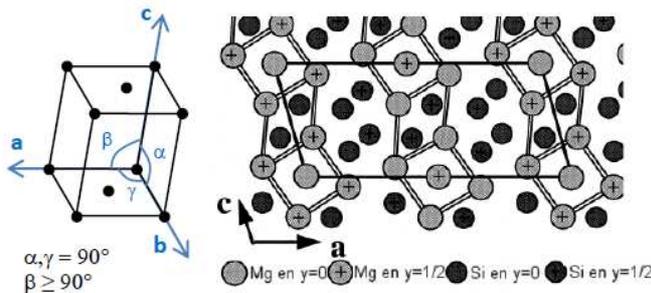


Figure II.1 : Structure monoclinique de la phase  $\beta''$  [5].

La phase  $\beta'$  précipite sous la forme de bâtonnets mesurant entre 5 et 15 nm de diamètre. Leur structure a été bien déterminée en diffraction électronique. Il s'agit d'une maille hexagonale de paramètres :

$$a = 0,705\text{nm} \quad c = 0,405\text{nm}$$

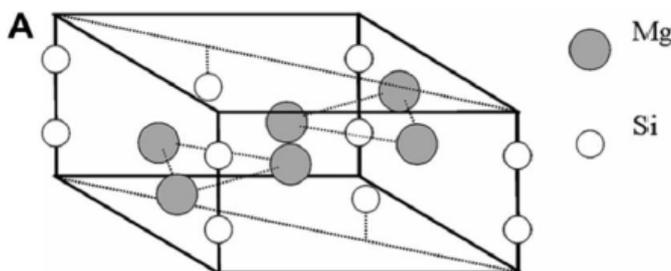


Figure II.2 : Structure hexagonale de la phase  $\beta'$  [5].

Les précipités  $\beta$  - $\text{Mg}_2\text{Si}$  sont incohérents avec la matrice. La phase stable  $\text{Mg}_2\text{Si}$  précipite sous forme de plaquettes carrées d'épaisseur proche de la dizaine de nm et de quelques centaines de nm de côté. Sa structure est cubique faces centrées ordonnée comme  $\text{CaF}_2$ . Elle ne contient pas d'aluminium. Son paramètre de maille est :

$$a = 0,639\text{nm}$$

La phase stable est incohérente avec la matrice, mais conserve toutefois des relations d'orientation [4] :

$$(001)_\beta // (001)_{Al} \text{ et } [110]_\beta // [100]_{Al}$$

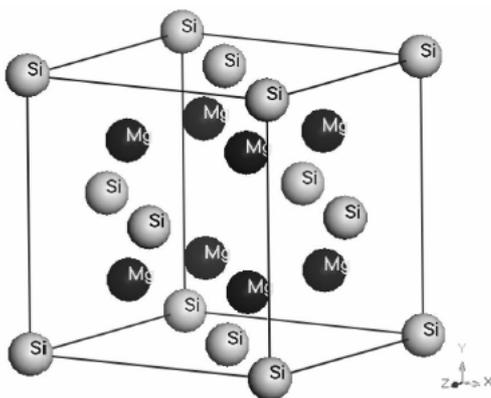


Figure II.3 : Structure CFC de la phase  $\beta$  [6].

## **Chapitre II : Chronologie du phénomène de précipitation dans les alliages d'aluminium de la série 6xxx**

---

---

### **II.3. Précipitation et comportement mécanique des 6000 :**

La faible précipitation dans les alliages d'aluminium de la série 6000 n'influence pas le comportement linéaire élastique du matériau. Cependant, la valeur de la limite d'élasticité dépend de la présence de ces précipités durcissant puisqu'ils constituent des obstacles au mouvement des dislocations.

Dans les alliages de la série 6000, la microstructure et la précipitation influencent directement la contrainte d'écoulement (point à partir duquel les dislocations peuvent se déplacer) et ensuite la capacité d'érouissage. Selon la nature des obstacles à franchir : la nature de la solution solide qu'est la matrice, les dislocations générées par l'érouissage, les contraintes résiduelles, les joints de grains et les précipités, les mécanismes seront différents. Par exemple, deux mécanismes de durcissement structural peuvent intervenir dans le cas des précipités [7].

Le franchissement de l'obstacle par cisaillement, qui concerne en général les précipités cohérents ou semi-cohérents avec la matrice et de petite taille et le contournement de l'obstacle par le mécanisme d'Orowan, qui concerne les précipités incohérents ou de taille élevée.

Le durcissement structural permet d'obtenir une limite d'élasticité élevée, leur vieillissement donne à l'alliage une capacité d'érouissage satisfaisante pour obtenir un bon niveau de ténacité. Toutefois, la présence de ces précipités, en plus des dispersoïdes au manganèse, introduit des sites potentiels de germinations de cavités en rupture ductile, qui sera retrouvés lors des examens fractographiques des éprouvettes [7].

La figure II.4 ci-dessous présente l'évolution de la résistance mécanique en fonction de type de précipité :

## Chapitre II : Chronologie du phénomène de précipitation dans les alliages d'aluminium de la série 6xxx

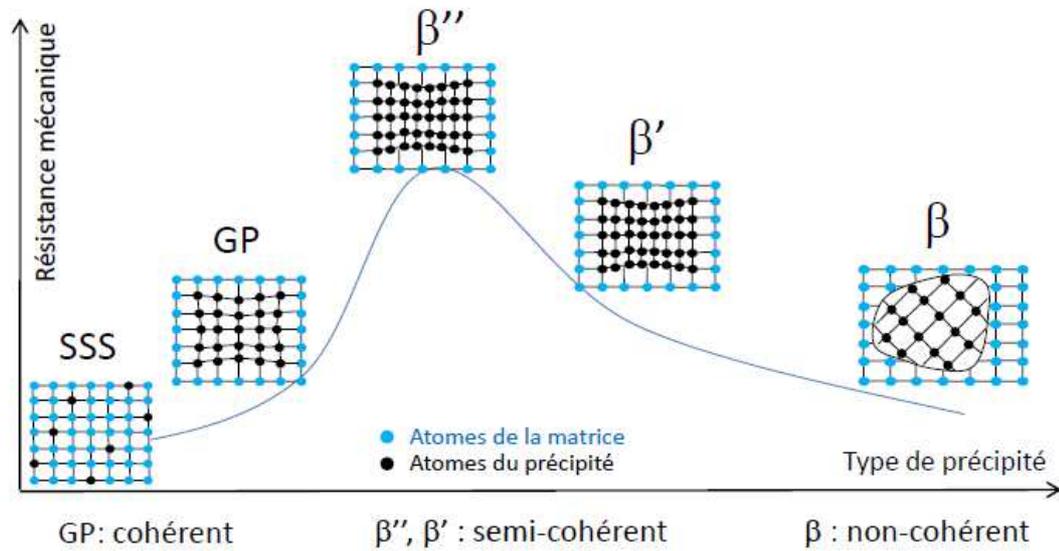


Figure II. 4: Evolution du durcissement structural en fonction du type de précipité pour la série 6xxx [8].

**Chapitre III : Matériaux et  
techniques expérimentales**

### **III.1. Introduction :**

De nombreuses techniques d'observation, d'analyse et de caractérisation ont été utilisées pour caractériser la microstructure des échantillons en fonction de leur histoire thermique. Dans cette partie nous présentons en détail ces techniques et les matériaux utilisés pour la réalisation de ce travail.

### **III.2. Identification du matériau étudié :**

Pour notre étude expérimentale, on a utilisé un alliage d'aluminium 6063, qui est un alliage à durcissement structurelle. Il a été élaboré dans un four à induction. L'analyse chimique du matériau a été effectuée à l'aide d'un spectromètre à émission optique. La composition chimique en pourcentage massique est donnée dans le tableau III.1 ci-dessous :

Tableau III.1 : Composition chimique du matériau d'étude.

Al	Mg	Si	Fe	Cu	Mn	Cr	Ni	Zn
BAL	0.462	0.354	0.231	0.026	0.036	0.0048	0.0045	0.014

Les résultats du tableau III.1 ont confirmé que notre alliage appartient à la nuance 6063 avec une modification d'Argent.

### **III.3. Les traitements thermiques :**

Afin d'éliminer les effets de la mise en forme, l'alliage est homogénéisé à haute température (560°C) avec un maintien de 60 min. Ce traitement est suffisant pour dissoudre les éléments d'alliage et obtenir une solution solide homogène. La durée de traitement à haute température provoque un fort grossissement constituant une dégradation des propriétés mécaniques de l'alliage. Cependant, dans le cas de notre étude, notre souci concerne les effets du vieillissement thermique plutôt que les propriétés mécaniques de l'alliage.

Après homogénéisation, les échantillons subissent une trempe à l'eau. L'alliage ainsi obtenu subit un traitement de vieillissement en paliers isothermes pendant des durées échelonnées dans l'objectif de provoquer les phénomènes de précipitation jusqu'à un niveau donné puis rompre le processus par une trempe à l'eau pour figer la microstructure. La séquence de ces traitements thermiques est représentée schématiquement dans la figure III.1 .

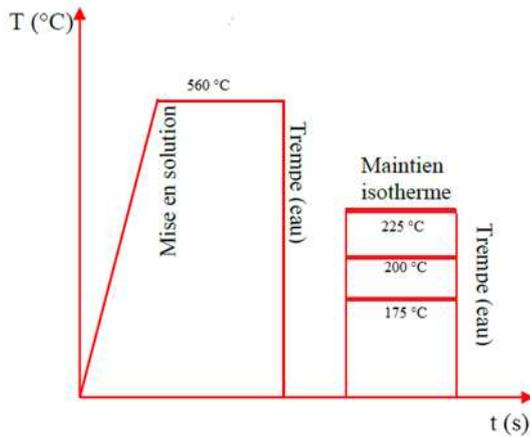


Figure III.1 : Représentation schématique des séquences des traitements thermiques utilisés.

### III.4. Diffraction des Rayons X :

Les rayons X sont produits par l'interaction d'électrons avec une cible métallique. Ces électrons sont émis par un filament chauffé par effet Joule. Ils sont accélérés par un champ électrique créé par une différence de potentiel entre une cathode constituée par le filament et une anode constituée par la cible (l'échantillon). Cette cible est refroidie par une circulation d'eau. Un faisceau de rayons X monochromatique et parallèle qui frappe un cristal est diffracté dans une direction donnée par chacune des familles des plans réticulaires à chaque fois que la condition ou loi de BRAGG est réalisée :

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (\text{III.3}).$$

Avec :

$n$ : ordre de la diffraction.

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

$d$ : distance de deux plans réticulaires.

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

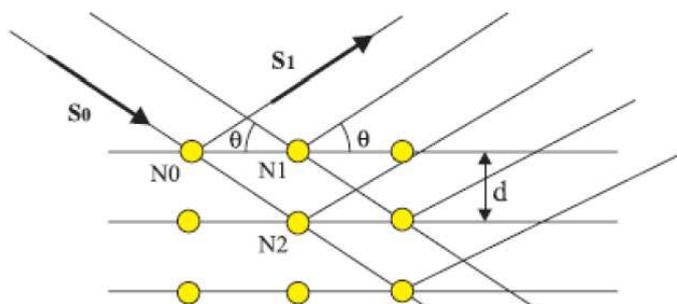


Figure III. 2: Principe de la loi de Bragg.

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. Dans ce cas, l'angle suivant lequel le faisceau de rayons X est dévié est égal à l'angle d'incidence  $\theta$  et est caractéristique de la distance inter-planaire ou inter-réticulaire  $d$ . Si l'on connaît la longueur d'onde du faisceau de rayons X, on peut mesurer à partir de l'angle  $\theta$  l'équidistance  $d$  et ainsi identifier la structure du cristal [9].

### **III.5. MAUD Software (Materials Analysis Using Diffraction):**

#### **III.5.1. Description du MAUD**

Le mot « MAUD » signifie "Material Analysis Using Diffraction". Il s'agit d'un programme de traitement de données de diffraction basé essentiellement sur la méthode Rietveld method. Développé par Dr. Luca Lutterotti. Il est facile à utiliser, il contrôle des paramètres s'utilise pour des données issues de DRX classique, de synchrotron, de rayonnement neutronique. Développé pour des analyses Rietveld de données obtenues en simultané issues de différents instruments et différentes techniques.

#### **III.5.2 Principales caractéristiques du MAUD software :**

- Utilisation conviviale avec contrôle de chaque action grâce à une interface utilisateur
- Intégration de solution de structure Ab-initio, de recherche de pic, d'indexation
- Optimisation possible selon différents algorithmes (LS, Evolutionary, simulés recuit, Metadynamics)
- 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.

## Chapitre III : Matériaux et techniques expérimentales

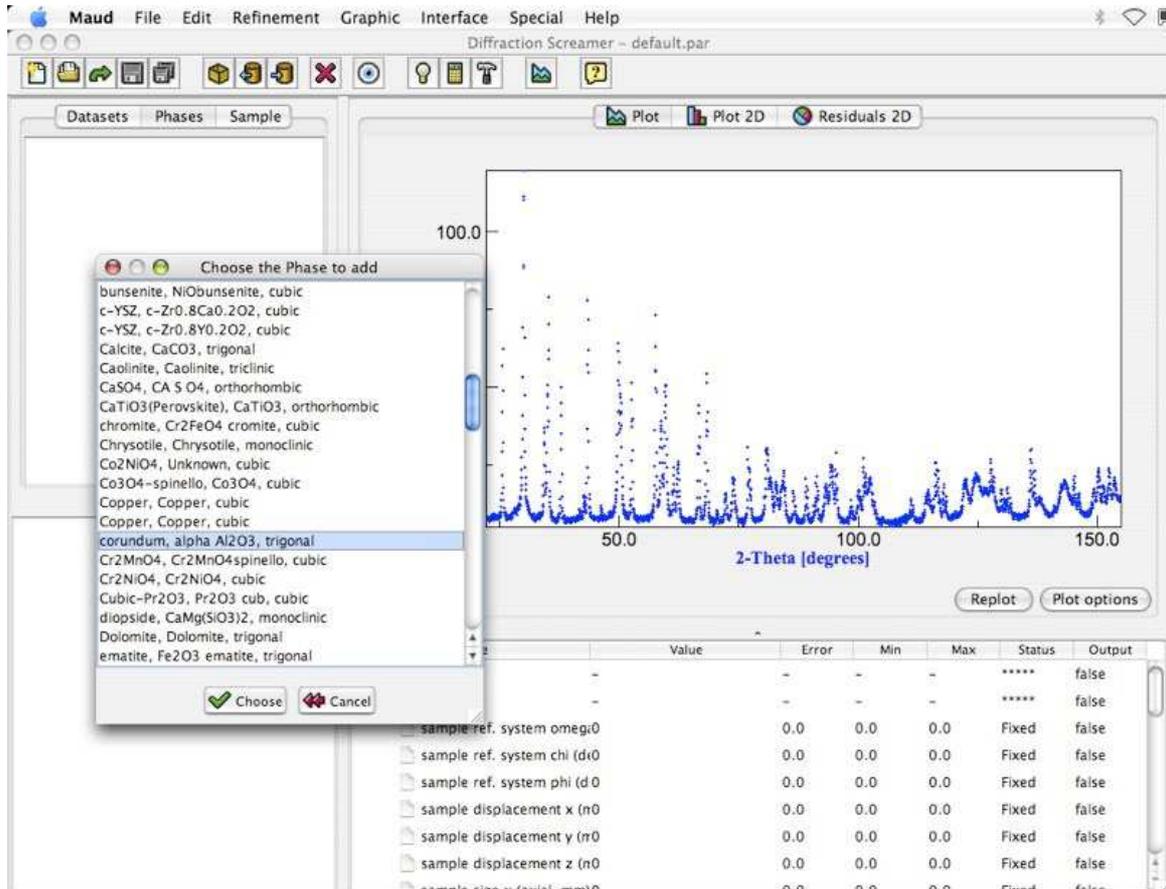


Figure III.3 : Aperçu de l'interface du logiciel MAUD.

**Chapitre IV : Résultats et  
interprétations**

### IV.1. Introduction :

Dans ce chapitre nous présenterons l'analyse chimique des échantillons élaborés, la caractérisation par la micro-dureté et la diffraction des rayons X avec les interprétations des résultats obtenus. Les différents résultats seront interprétés en relation avec d'autres travaux et informations recueillies dans la bibliographie.

### IV.2. Résultats de la micro-dureté :

Les résultats des mesures de microdureté sur l'ensemble des échantillons traités sont donnés sur la figure IV.1.

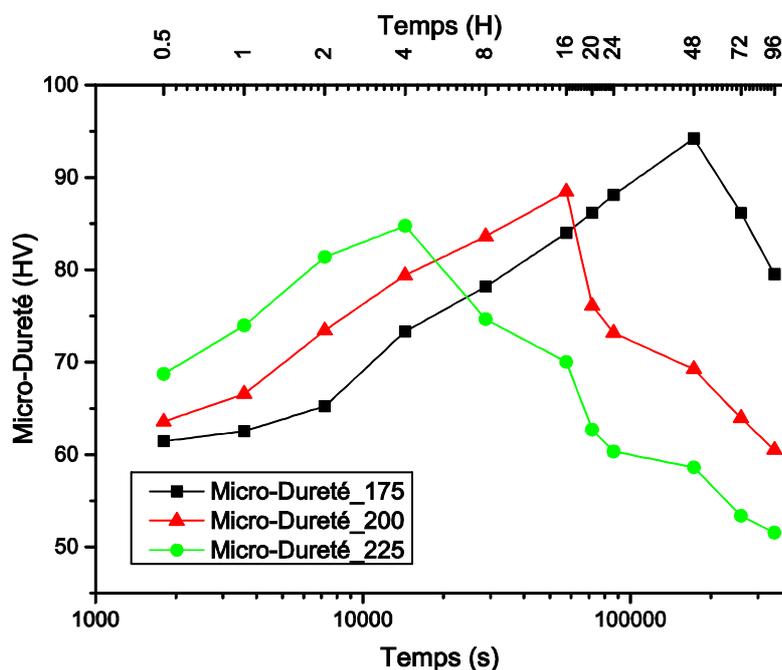


Figure IV.1 : Micro-dureté des trois traitements effectués

### IV.3. Résultats de la diffraction des rayons X :

La diffraction des rayons X sur les trois échantillons qui donne les valeurs maximales de la dureté dans chaque traitement donné dans le tableau IV. 1 suivant :

Tableau IV.1 : List des échantillons qui on subit la DRX.

Température (°C)	Temps (s)	Micro-Hardness (HV)
175	172800 (48h)	94,23
200	57600 (16h)	88,47
225	14400 (4h)	84,77

L'utilisation du Maud pour illustrés les digrammes de diffraction et la détermination des positions des piques les indices des plans (h k l). La faible intensité des piques des précipités nous a conduits à donner les résultats sous forme d'un tableau.

#### IV.3.1. Digrammes de diffraction des rayons X :

Les diagrammes de la diffraction des rayons X obtenue sont illustrés dans la figure IV.2.

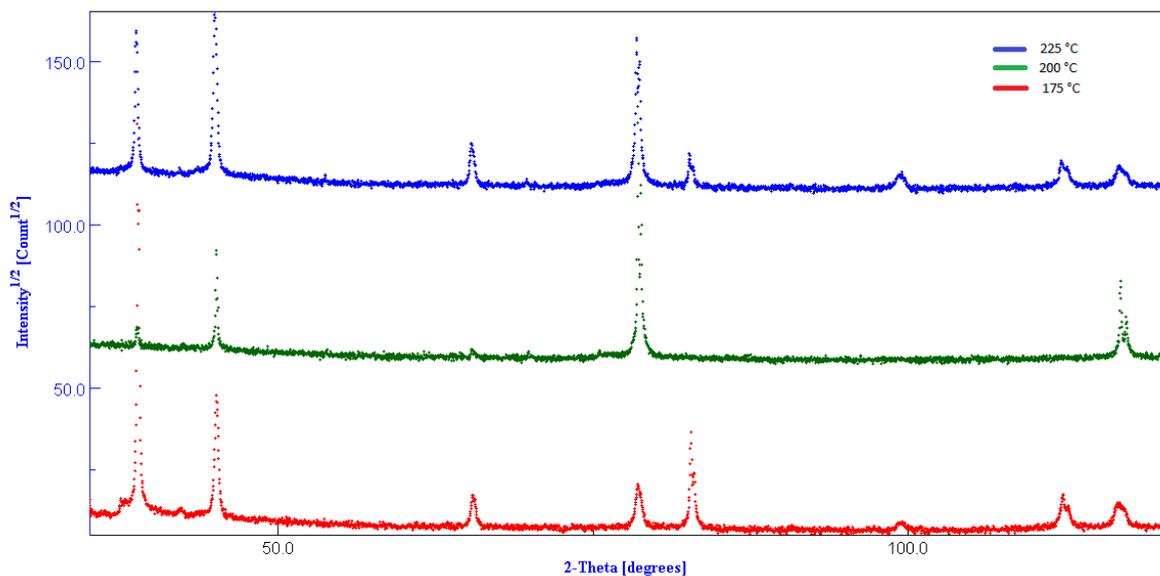


Figure IV.2 : Diagrammes de DRX obtenus aux pics de microduretés.

### IV.4. Traitements des diagramme ( MAUD) :

#### IV.4.1. Introduction des diagrammes

Les résultats de la diffraction des rayons X sont automatiquement enregistrés sous un fichier en extension (ASCII).

L'introduction des diagrammes de diffraction dans le MAUD est illustrée dans les figures suivantes :

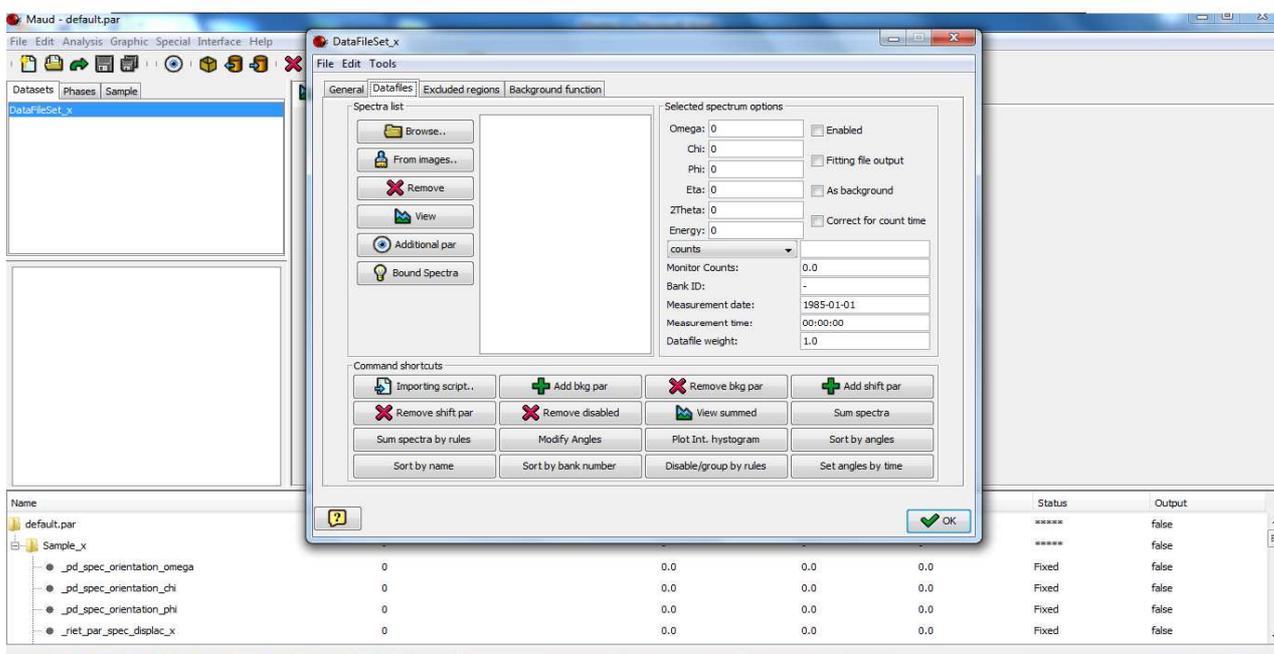


Figure IV.3 : Outil de sélection

## Chapitre IV : Résultats et interprétations

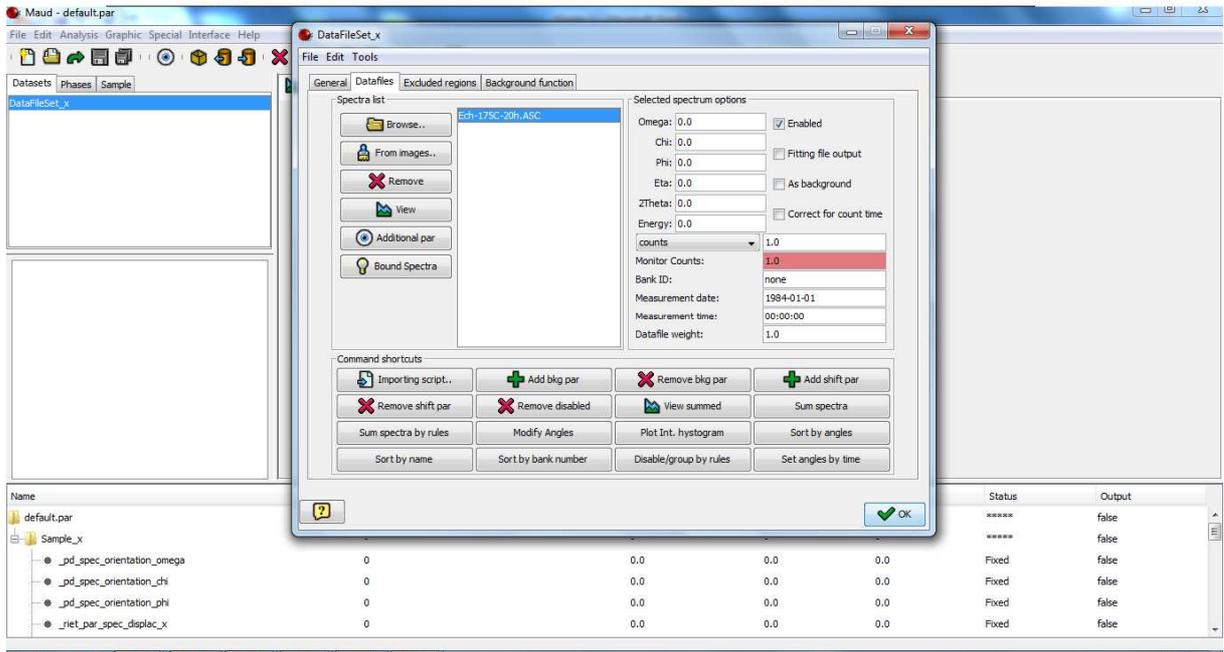


Figure IV.4: Sélection des données.

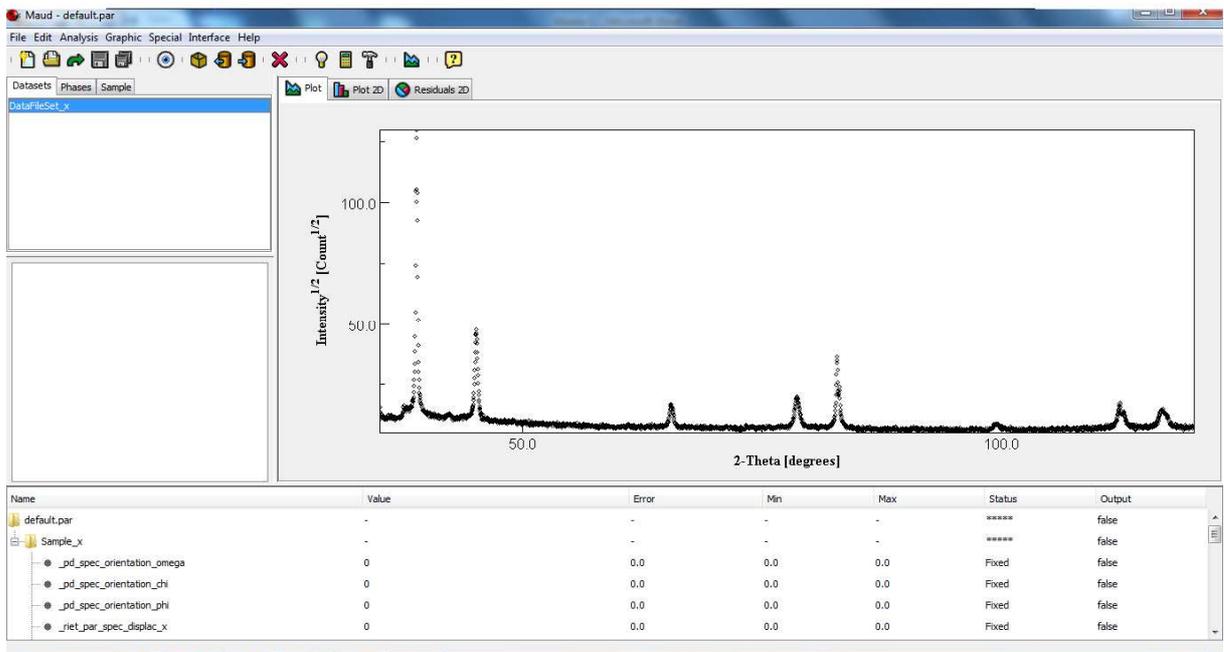


Figure IV.5 : Diagramme expérimental obtenu

## Chapitre IV : Résultats et interprétations

### IV.4.2. Introduction des phases :

Les phases se trouvent sous forme d'un fichier en extension (CIF) qu'on peut télécharger dans la base de données COD (Crystallography Open Database).

Les phases sont introduites dans le MAUD de la manière suivante :

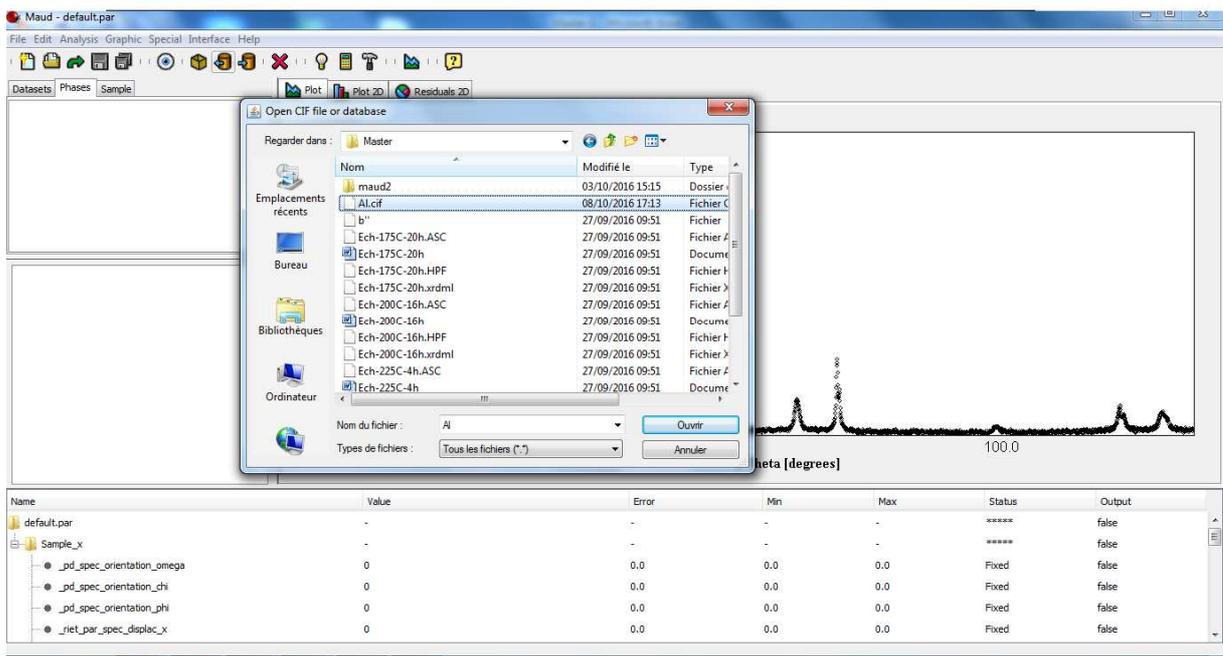


Figure IV.6 : Sélection du fichier CIF.

## Chapitre IV : Résultats et interprétations

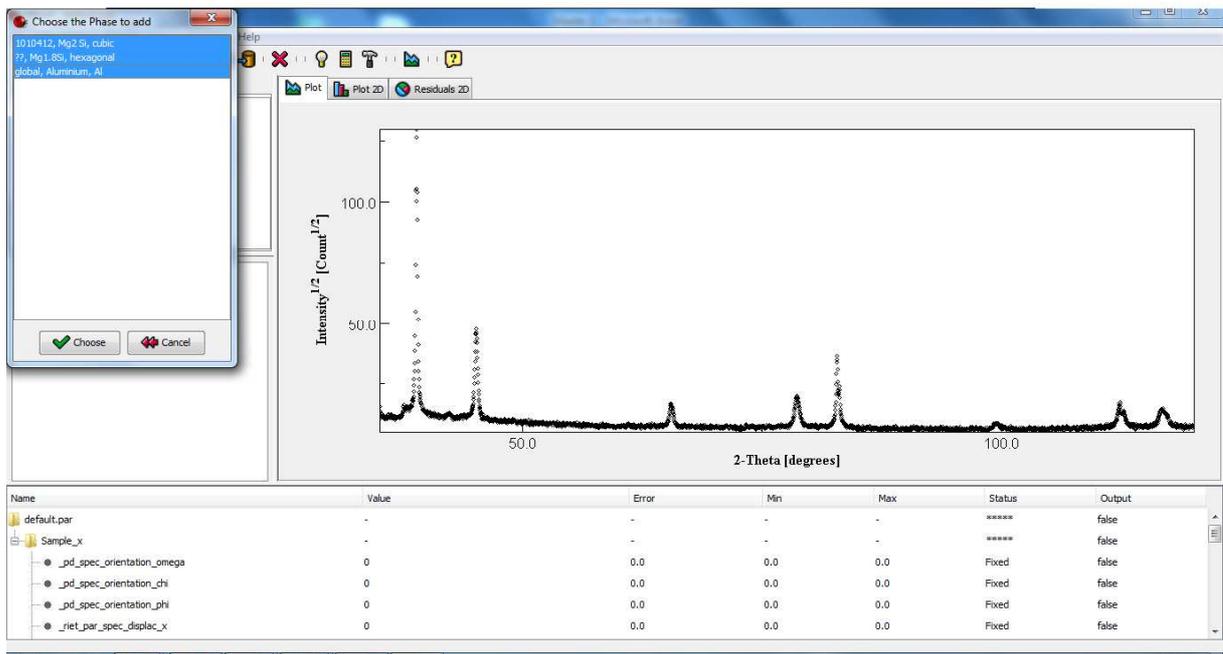


Figure IV.7 : Sélection des phases dans le fichier.

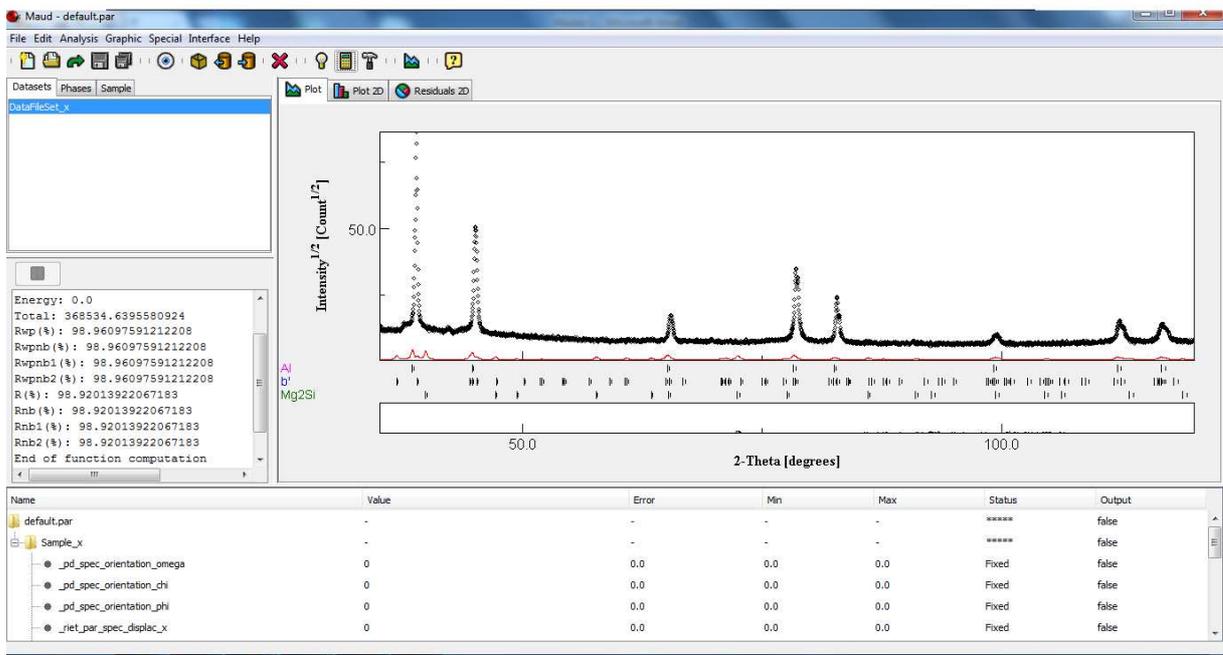


Figure IV.8 : Simulation du diagramme théorique.

## Chapitre IV : Résultats et interprétations

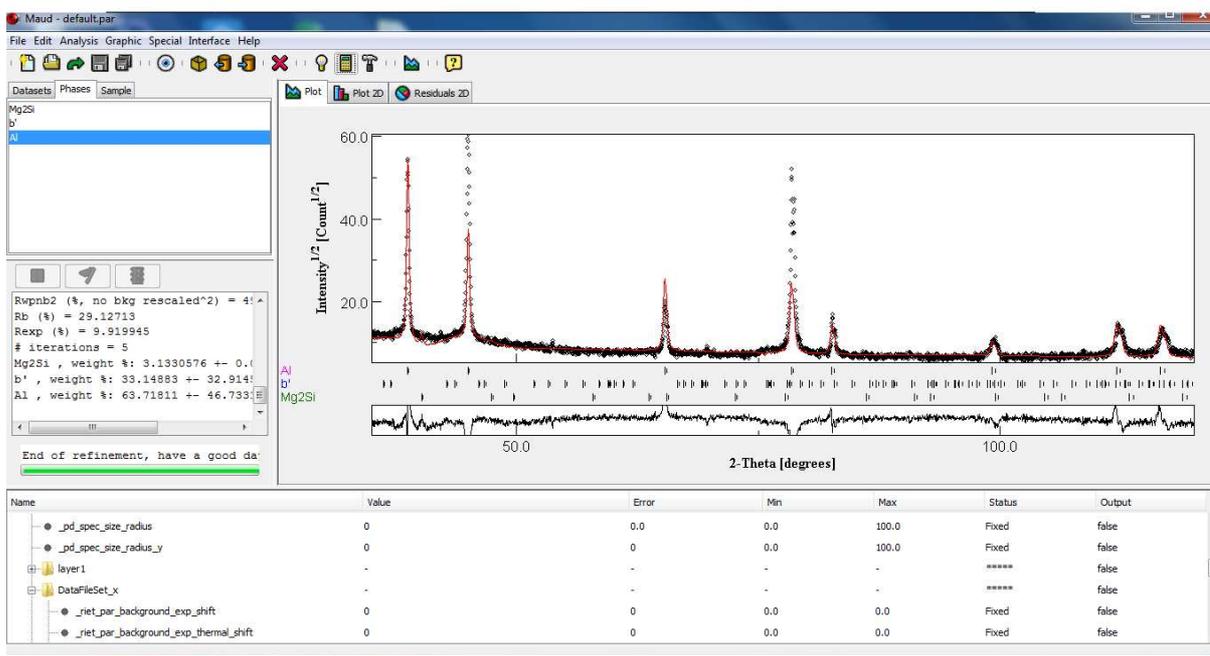


Figure IV.9 : Résultats obtenu après le fit.

Les résultats obtenus sont illustrées dans le tableau IV. 2 ci-dessous :

Tableau IV.2 : Les indices des plans diffracté et leurs positions.

Phases	h	k	k	Position (2θ )
Al	1	1	1	38,47°
	2	0	0	44,72°
	2	2	0	65,09°
	3	1	1	78,23°
	2	2	2	82,43°
	4	0	0	99,08°
	3	3	1	112,02°
	4	2	0	116,57°
β'	2	0	1	36,84°
	2	0	2	54,32°
	5	2	0	103,97°
	2	5	0	103,97°
	2	4	2	100,41°
β	5	5	1	118,80°
	7	1	1	118,80°
	4	2	0	65,23°
	5	1	1	77,55°
	2	2	2	49,35°

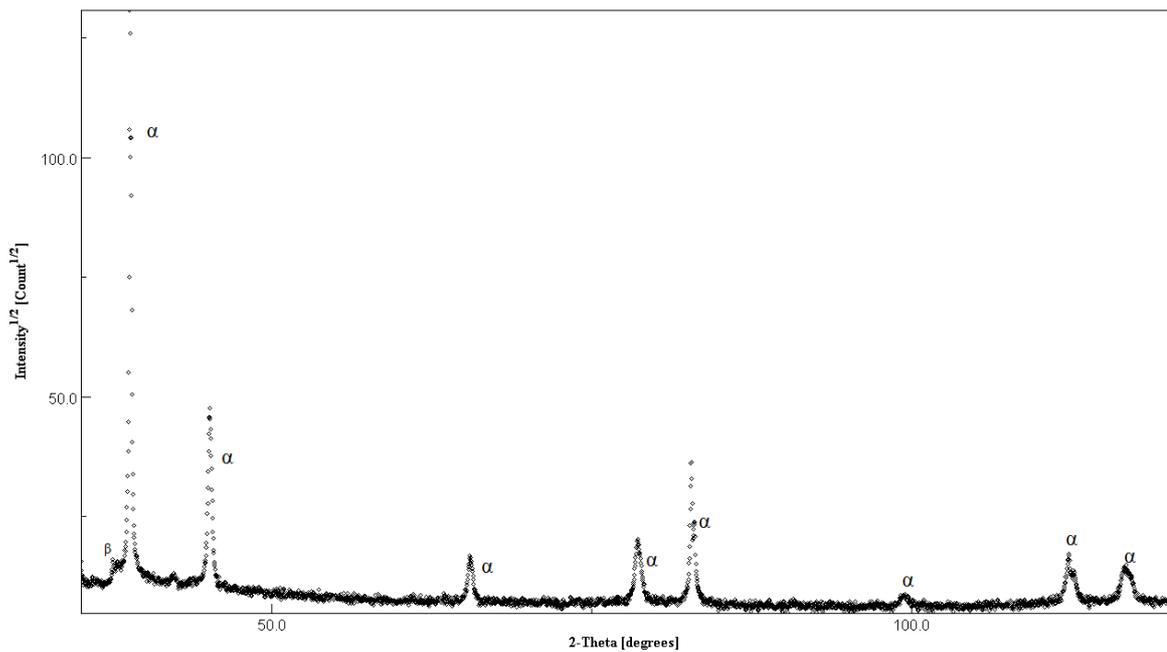
## Chapitre IV : Résultats et interprétations

Les paramètres des phases existantes (Tableau IV.3) sont en bon accord avec celle rapportés dans le chapitre II. Ce qui confirme l'efficacité de ce logiciel.

**Tableau IV.3** : Paramètres de maille obtenue après l'analyse des résultats de la DRX.

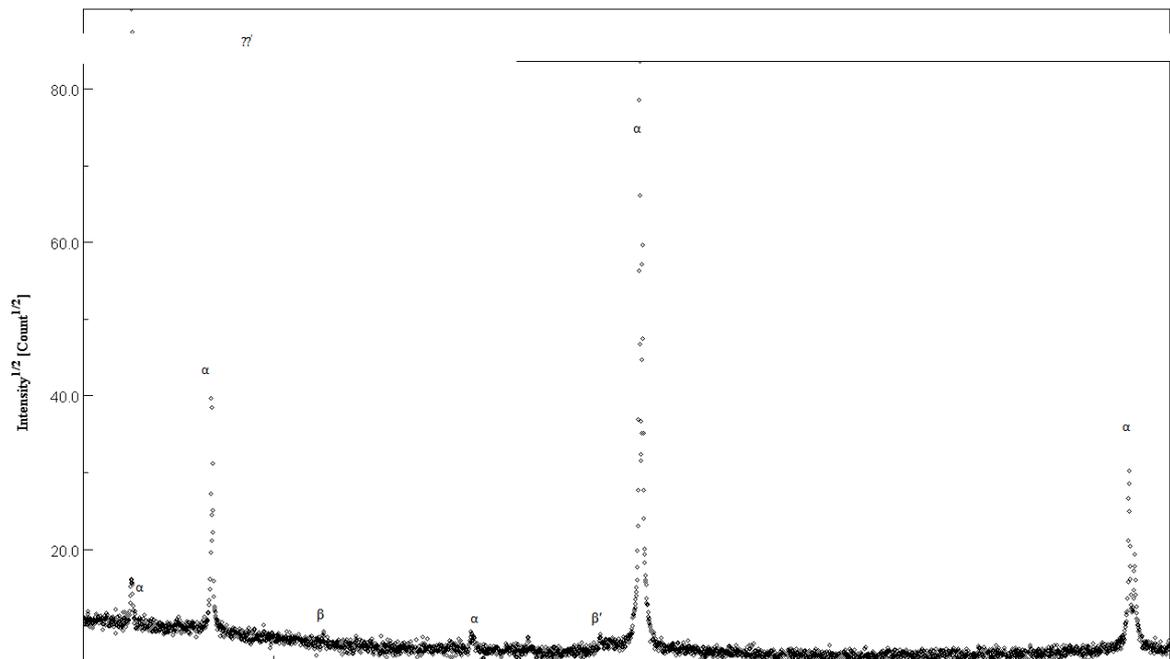
Phases	a(Å)	b(Å)	c (Å)	$\alpha(^{\circ})$	$\beta(^{\circ})$	$\gamma(^{\circ})$
Al	4.05	4.05	4.05	90	90	90
$\beta'$	7.05	7.05	4.05	120	90	90
$\beta$	6.39	6.39	6.39	90	90	90

La **figure IV.3** montre les résultats de l'analyse par diffraction des rayons X. On remarque que la majorité des pics les plus intenses appartiennent à la phase  $\alpha$  (la matrice d'aluminium), l'indexation des pics de diffraction a été réalisée en utilisant le logiciel MAUD.

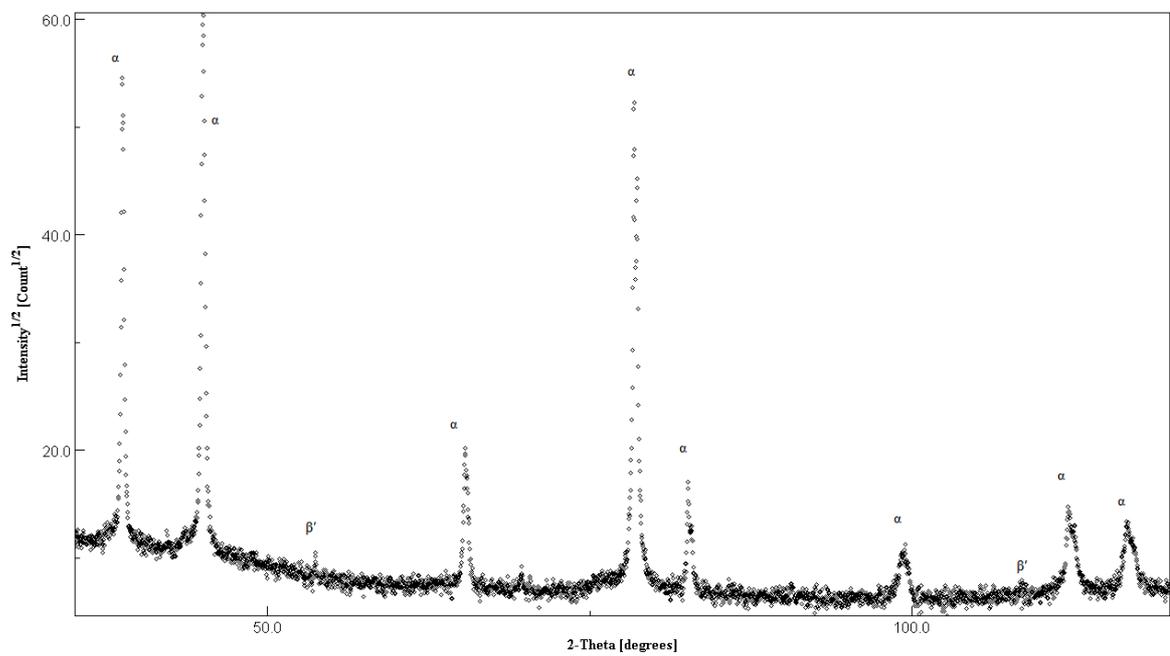


(a)

## Chapitre IV : Résultats et interprétations



(b)



(c)

**Figure IV.3:** Diffractogrammes DRX . (a) : T=175 °C, (b) : T=200 °C, (c) : T=225 °C.

## **Conclusion Générale**

### Conclusion générale :

Le travail que nous avons réalisé dans le cadre de notre projet de Master avait pour objectif essentiel l'utilisation du logiciel MAUD pour l'indexation du diffractogramme et le calcul des paramètres des mailles. Il s'est avéré que ce dernier est très efficace pour ce type d'analyse. En effet, les résultats obtenus sont très proches de ceux donnés par la littérature.

Les principaux résultats qu'on a obtenus se résument comme suit :

- ✓ L'analyse des échantillons par la diffraction des rayons X a mis en évidence la présence des pics correspondant à la matrice  $\alpha$  d'aluminium et des phases  $\beta'$  et  $\beta$ .
- ✓ Le MAUD est un logiciel de traitements très efficace et vaste, nécessite une maîtrise de l'aspect théorique et pratique de la diffraction des rayons X.
- ✓ Les fichiers de données des phases sont nécessaires pour l'identification des phases.
- ✓ Le fitting des diagrammes expérimentaux et simulés permettent d'acquérir des données sur l'état de notre matériau avec précision.

Les résultats qu'on a pu obtenir sont en bon accord avec la théorie et le niveau de précision est acceptable. On s'intéresse par la suite, en vue d'améliorer nos calculs et d'élargir notre étude à :

- ✓ Acquérir le CIF de la phase  $\beta''$ .
- ✓ L'amélioration des fit des diagrammes.
- ✓ Etude des microdéformations
- ✓ Evolution de la taille des grains.

## Références Bibliographiques

### Références Bibliographiques :

- [1] D. FABREGUE, « Microstructure et fissuration à chaud lors du soudage laser d'alliages d'aluminium 6000 », Doctorat, INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE, 2004.
- [2] C. VARGEL, « Les propriétés physiques de l'aluminium », in *Corrosion de l'Aluminium*, Dunod., .
- [3] T. L. Durbin, « Modeling Dissolution In Aluminium Alloys », Doctorat, Georgia Institute of Technology, 2005.
- [4] J. Barralis et G. Maeder, *Précis de métallurgie : élaboration, structures—propriétés,normalisation*. Nathan, 1997.
- [5] P. Zieba, « Committee of Metallurgie, Archives pf Metallurgy », in *Committee of Metallurgie, Archives pf Metallurgy*, Polish Academy of Sciences., 1991, p. 655□662.
- [6] J. Chakrabarti, Y. Peng, et D. E. Laughlin, « Precipitation In Al-Mg-Si Alloys with Cu Additions and the Role of the Q' and Related Phases », *Mater. Sci. Forum*, 2002.
- [7] A. Zaoui, A. Pineau, et D. François, « Comportement mécanique des matériaux, Tome: Elasticité et Plasticité, Ed », *Hermes*, 2000.
- [8] E. Sarrazin, « Modélisation du soudage d'alliages d'aluminium », Doctorat, Ecole Polytechnique, 1995.
- [9] N. Kherrouba, « Précipitation de la phase sigma et des carbures de chrome dans les soudures d'acier inoxydable duplex 2205 », Magister, Ecole Nationale Polytechnique, Alger, 2006.