

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



MEMOIRE

PRESENTE A

L'ECOLE NORMALE SUPERIEUR DE KOUBA
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE

POUR L'OBTENTION DU DIPLOME DE :

MAGISTER

SPECIALITE: PHYSIQUE

OPTION: PHYSIQUE DE LA MATIERE CONDENSEE

PAR:

Mr Khereddine A. Yazid

**ANALYSE DES PROFILS DES RAIES DE DIFFRACTION ;
DETERMINATION DE LA DENSITE DE DISLOCATION ET
DE LA TAILLE DES CRISTALITE DANS LES ALLIAGES DE
ZIRCONIUM**

Soutenu le:

Devant le jury composé de:

Mr. A. ZEGHDAOUI Pr. (Ecole normale Supérieure, Alger)

Président

Mr. D. BRADAI Pr. (USTHB)

Promoteur

Feu Mr. M. SAFI Chargé de cours (U. Laghouat)

Co-promoteur

Mr. N.E. HAINE M.C. (USTHB)

Examineur

Mr. M. DEBIECHE MC (Ecole Normale Supérieure, Alger)

Examineur

Mr. A. BENHORMA Pr. (U. Laghouat)

Examineur

Sommaire

Introduction générale

Chapitre I : Métallurgie physique de l'état déformé

I.1. Microstructure de l'état métallique:

I.2. Déformation plastique et Ecrouissage	3
I.2.1. Déformation plastique	3
I.2.2. Ecrouissage	3

I.3. Moyen de mise en forme :

I.3.1. Estampage	4
I.3.2. Tréfilage	4
I.3.3. Laminage	5
I.3.5. Emboutissage	5
I.3.6. Filage	6
I.3.7. Frittage	7

I.4. Microstructure de l'état déformé :

I.4.1. Défauts ponctuels	7
I.4.2. Défauts linéaires :	
I.4.2.1. Dislocations	9
I.4.3. Défauts plans (surfaciques) :	
I.5.3.1. Faute d'empilement	10
I.5.3.2. Macle	12
I.5.3.3. Joint de grain	13
I.4.4. Défauts volumiques:	
I.5.4.1. Précipités	15
I.5.4.1. Pore, Fissure, Cavité	15

Chapitre II : Caractérisation de l'état déformé par Analyse des profils des raies de diffraction des rayons X (XRDLPA ; X Ray Diffraction Line Profile Analysis).

II.2. Historique	18
------------------------	----

II.2. Fondement de l'analyse des profils de raies de diffraction des rayons X :

II.2.1. Origine des profils de raies de diffraction19

II.2.1.1. Diffraction et loi de Bragg19

II.3. Elargissement des raies de diffraction

II.2.1. Elargissement structural20

II.2.2. Elargissement instrumental20

II.4. Paramètres définissant les profils de raies de diffraction :

II.4.1. Paramètres de position21

II.4.2. Paramètre de forme (dispersion angulaire) :

I.4.2.1. Largeur moyenne ou à mi-hauteur22

I.4.2.2. Largeur intégrale22

I.4.2.3. La variance22

II.3.3. Les coefficients de Fourier.....22

I.5. Représentation analytique du profil de raies de diffraction et leurs paramètres associés.....22

II.6. Dépendance angulaire de l'élargissement instrumental.....24

II.7. Convolution et déconvolution25

Chapitre III : Les méthodes utilisées en analyse des profils des raies de diffraction des rayons X.

III.1. Introduction

III.2 Méthode de *Williamson-Hall* :

III.2.1. Rappel historique30

III.2.2. Principe 31

III.2.3. Méthode de calcul32

III.3. Méthode des *Largeurs simplifiée* :

III.3.1. Rappel historique33

III.3.2. Principe33

III.4. Méthode de *Warren-Averbach* :

III.3.1. Application de la méthode de Warren-Averbach pour des raies individuelles (Single peak methods for Fourier Analysis)38

III.5. Relation entre paramètres microstructuraux et paramètres macroscopiques	41
III.6. Distribution des tailles des cristallites	41

Chapitre IV : Techniques expérimentales

IV.1. Matériau utilisé	44
IV.2. Le Zirconium	44
IV.3. Alliages utilisés.....	44
IV.4. Acquisition des données	45
III.5. Paramètres instrumentaux	45

Chapitre V: Résultats et discussion

V.1. Présentation des diffractogrammes obtenus	48
V.2. Procédure d'analyse des diffractogrammes	50
V.3. Analyse qualitative des paramètres microstructuraux (taille des domaines diffractants et contraintes) par la méthode de Williamson-Hall	51
V.4. Analyse quantitative des paramètres microstructuraux (densité de dislocations, tailles des domaines diffractants et contraintes) par la Méthode des largeurs simplifiée (Simplified Breadth Method)	52
V.5. Analyse quantitative des paramètres microstructuraux (densité de dislocations, tailles des domaines diffractants et contraintes) par la méthode de Warren-Averbach	53
V.6. Comparaison des résultats obtenus par les deux méthodes.....	61
V.7. Détermination de la distribution des tailles des domaines par combinaison des deux méthodes	63

Conclusion

Introduction générale:

Les alliages de Zirconium sont intensivement utilisés comme matériaux structuraux dans l'industrie nucléaire, notamment comme tube de gainage du combustible des réacteurs à eau pressurisé. Les tubes et les plaques utilisées sont ainsi en constante sollicitation thermique et mécanique. Les paramètres microstructuraux, en particulier les densités de dislocation et la taille des grains sont censés influencer le comportement de déformation de ces alliages une fois utilisés dans les réacteurs. Ces tubes et ces plaques sont fabriqués par le processus de laminage et de filage, le contrôle de la microstructure dans cette étape intermédiaire est de la plus grande importance pour réaliser la métallurgie correcte du matériau [1, 2].

Les paramètres microstructuraux de ces alliages peuvent être caractérisés par l'analyse des profils de raies de diffraction (XRDLPA, X-ray diffraction line profile analysis), usuellement le Microscope Electronique à Transmission (MET) est la plus puissante technique pour l'investigation de la microstructure tel que le paramètre de maille, densités de dislocations etc. Néanmoins seulement un volume infime du matériaux est examiner sous MET ($100\mu m$) dans une couche a la fois et par conséquent n'est pas représentatif de tous le bloc de matière, en plus la préparation de l'échantillon pour le MET consomme énormément de temps et peu causer quelque changement dans les défauts microstructuraux durant le sectionnement et le polissage. Par contre l'analyse des profils de raies de diffraction évalue les paramètre microstructuraux de manière statistique, moyennant un volume de $10^9\mu m$. En plus l'analyse est beaucoup plus facile, rapide et fiable, et la préparation de l'échantillon ne nécessite que peu de temps. La XRDLPA peut être utilisés à l'avenir pour l'analyse de routine des paramètres microstructuraux [3].

Avec le développement des codes de calculs sur ordinateurs basé sur l'ajustage des profils de raies pour la caractérisation de la microstructure, la XRDLPA est devenu une technique énormément puissante et incontournable pour la caractérisation microstructural.

Ce mémoire est présenté en cinq chapitres, dans le premier on donnera un bref aperçu sur la microstructure de l'état déformé; moyens de mise en forme et défaut cristallins, dans le second en entamera la théorie de l'analyse des profils des raies en citant les bases nécessaire qui permettrons d'aborder le troisième chapitre consacré aux différentes méthodes utilisées. Le quatrième chapitre sera consacré aux technique expérimental, et enfin nous présenterons et discuterons les résultats dans le dernier chapitre.