

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA

FACULTE DES SCIENCES
DEPARTEMENT PHYSIQUE
N° Ph/APP/01/2021



DOMAINE : Sciences de la matière
FILIERE : Physique
OPTION : Physique Appliquée

Mémoire présenté pour l'obtention
Du diplôme de Master Académique

Par : Chergui Loubna Achwaq

Intitulé

Evolution de la microstructure de l'alliage Mg-Ce
après déformation par ECAP

Soutenu le / 06 /2021 devant le jury composé de :

MEZRAG Fadila	Université M'sila	Présidente
AZZEDDINE Hiba	Université M'sila	Rapporteuse
MAHROUG Abd Elhafid	Université M'sila	Examineur

Année universitaire : 2020/2021

Remerciements

Avant tout, je remercie 'Dieu'

Je tiens à exprimer profondément et sincèrement mes remerciements et ma reconnaissance à Pr. Hiba AZZEDDINE pour m'avoir encadré dans les meilleures conditions.

Je remercie vivement Professeur Fadila MEZRAG de m'avoir fait l'honneur de présider le jury.

Mes sincères remerciements vont au Dr. Abd Elhafid MAHROUG qui a accepté d'examiner mon travail.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à Monsieur Thierry Baudin et tous les membres de l'équipe IMMO-LPCES, France, pour leur précieuse aide dans les mesures EBSD.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

A ma très chère mère, ma source de tendresse qui m'a tout donné, Qui m'a soutenu et encouragé. J'implore le tout-puissant pour qu'il t'accorde une bonne santé et une vie longue et heureuse.

A mon très cher père, ce modeste travail est le fruit de tous les sacrifices que tu as déployés pour mon éducation et ma formation. Je t'aime papa.

A ma sœur Hadjer, Tu es la sœur qui assure sone rôle comme il faut. Je trouve en toi le conseil de la sœur et le soutien de l'ami.

Mes frères mon soutien dans la vie. Je vous aime beaucoup.

A tous mes amies Khaoula, Bouchra et Assia.

Et à tous ceux que j'aime.

Sommaire

Introduction générale.....	1
Chapitre 1 : Mécanismes de déformation des matériaux à structure hexagonale	
Partie A : Déformation plastique conventionnelle et sévère des alliages à base de Mg	
1. A.1.Introduction.....	5
1. A.2. Différentes techniques de déformation plastique conventionnelle.....	5
1. A.2.a. Laminage.....	5
1. A.3. Différentes techniques de déformation plastiques sévères.....	6
1. A.3.1.Processus de presse angulaire à canal égal (ECAP).....	6
1. A.3.1.a.Présentation de la technique ECAP.....	6
1. A.3.1.b.Principe de la méthode.....	6
1. A.4. Modes de déformation dans les matériaux HCP.....	8
1. A.4.a. Glissement.....	8
1. A.4.b. Maclage.....	9
Partie B : Transformations de phases dans les alliages à base de Mg après déformation plastique	
1. B.1.Introduction.....	13
1. B.2. Restauration.....	13
1. B.3. Recristallisation.....	13
1. B.3.a. Recristallisation statique.....	14
1. B.3.b. Recristallisation dynamique.....	14
Chapitre 2 : Techniques expérimentales	
2.1. Présentation des échantillons.....	16
2.2. Procédé ECAP.....	16
2.3. Techniques de caractérisation.....	17
2.3.1. Microscope électronique.....	17
2.3.2. Diffraction des rayons X.....	18
Chapitre 3 : Résultats et discussions	
3.1. Caractérisation microstructurale.....	20
3.1. a. l'état reçu.....	20
3.1. b. l'état déformé.....	20
3.2. Caractérisation structurale par DRX.....	24

Références.....	26
Conclusion générale.....	28

Introduction générale

Le magnésium et ses alliages ont une densité ($d \sim 1.7-1.8 \text{ g/cm}^3$) qui est faible, comparé aux matériaux métalliques ($d \text{ Al} \sim 2.7 \text{ g/cm}^3$, $d \text{ Ti} \sim 4.1 \text{ g/cm}^3$) [1] qui mérite donc des études approfondies afin de répandre son utilisation. Ce métal présente toutefois quelques difficultés lors de sa mise en forme à la température ambiante en raison de la structure cristalline hexagonale compacte (HCP) [2]. C'est pourquoi de nombreux travaux ont été entrepris et sont encore en cours pour mieux comprendre les mécanismes de déformation du magnésium et ainsi pouvoir pallier ces difficultés [3].

Plusieurs stratégies ont été proposées pour surmonter cette lacune. Des travaux récents ont montré que la modification de la composition chimique des alliages de magnésium avec l'addition des terres rares (TR) tels que Ce pourrait conduire à une amélioration de leur ductilité et dureté (en même temps) même à basse température. Les éléments TR pourraient modifier les mécanismes de déformation lors de la déformation plastique et augmenter l'activité des systèmes difficiles comme le glissement pyramidal $\langle c+a \rangle$ [4].

De plus, les matériaux à grains ultrafins représentent une nouvelle génération de matériaux de pointe ayant des propriétés uniques. Aujourd'hui, il y a plus de 30 processus différents pour la fabrication de matériaux nanostructures, certains d'entre eux comprennent des méthodes, qui sont à base de déformation plastique sévère (SPD pour Severe Plastic Deformations). L'ECAP (Equal-Channel Angular Pressing), qui est l'un d'entre eux, est aujourd'hui un des technologies les plus utilisées et prometteuses pour le traitement des matériaux à grains ultra fins.

Dans notre travail, nous nous sommes intéressés à l'évolution de la microstructure de l'alliage Mg-0.3Ce (% en poids) après déformation sévère par ECAP à 350°C.

Dans ce but, le mémoire est articulé autour de trois chapitres :

Le premier chapitre qui se subdivise en deux parties présentant les considérations générales sur les déformations, les mécanismes de déformation et la recristallisation des alliages à base de magnésium. Le deuxième chapitre présente de l'alliage étudié, le procédé de déformation plastique par ECAP, et techniques de caractérisation de la microstructure. Le troisième chapitre consigne l'ensemble des résultats obtenus et leurs discussions. En fin, une conclusion contenant les résultats les plus importantes.

Références

- [1] R.L. Edgar, K.U. Kainer, Magnesium Alloys and their Applications, Global Overview on Demand and Applications for Magnesium Alloys, (2000) 3.
- [2] H. Azzeddine, D. Bradai, on the texture and grain growth in hot-deformed and annealed WE54 alloy. *Int. J. Mater. Res.*103 (2012) 1351-1360.
- [3] Mathilde Forget. Laminage asymétrique de l'alliage de magnésium AZ31. *Matériaux*. Université de Grenoble, (2013).
- [4] D. Elfiad, Y. I. Bourezg, H. Azzeddine, D. Bradai, Investigation of texture, microstructure, and mechanical properties of a magnesium–lanthanum alloy after thermo-mechanical processing. *Int. J. Mater. Res.*107 (2016) 315–323.

Chapitre 1

Mécanismes de déformation des matériaux à structure hexagonale

Partie A

Déformation plastique conventionnelle et sévère des alliages à base de Mg

1. A.1.Introduction

Lorsqu'un matériau polycristallin est soumis à l'action d'une contrainte mécanique extérieure, une déformation plastique se produit.

Une déformation plastique effectue une modification au matériau usiné donc entraîne une modification très importante dans la microstructure.

On distingue deux types de déformation plastique : les déformations plastiques conventionnelles et les déformations plastiques sévères.

1. A.2. Différentes techniques de déformation plastique conventionnelle

Il y a une grande variété de type de déformation plastique dans l'industrie telles que l'extrusion, tréfilage forgeage et laminage. On va citer le laminage.

1. A.2. a. Laminage

Le procédé de mise en forme par laminage est vieux de plusieurs siècles. La première trace écrite remonte au XVème siècle avec un schéma réalisé par Léonard de Vinci, c'est pourquoi il serait reconnu comme l'inventeur du laminoir [1].

Le laminage est un processus qui a pour principe de faire traverser un matériau entre deux cylindres tournant dans deux sens contraires. et a pour but de réduire l'épaisseur du matériau et l'obtention des produits plats (voir la figure 1.A.1).

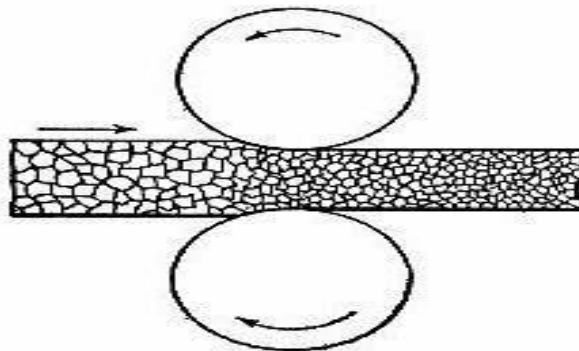


Figure 1.A.1 : Schéma du principe de laminage.

Le taux de laminage est donné par l'expression suivante :

$$\tau = \frac{e_0 - e_f}{e_0} \times 100 \quad (1)$$

Où e_0 et e_f sont les épaisseurs initiale et finale du produit.

Les déformations plastiques conventionnelles peuvent produire des grains avec des tailles de l'ordre du micron (μm).

1. A.3. Différentes techniques de déformation plastiques sévères

Les processus de déformation plastique sévère (SPD) sont définis comme des processus de formage des métaux dans lesquels une grande déformation plastique est imposée sur un processus en vrac afin de fabriquer un métal à grain ultrafin. L'objectif des procédés SPD pour la création de métal à grain ultrafin est d'améliorer les propriétés physico-métallurgiques du matériau [2].

Différents procédés SPD ont été développés tels que ECAP (Equal Channel Angular Pressing) [3, 4], ARB (Accumulative Roll-Bonding), HPT (High Pressure Torsion) [5, 6], CEC (Cyclic Extrusion Compression) [7], TE (Torsion Extrusion) [8].

Cependant, ECAP, ARB et HPT sont les procédés souvent étudiés pour produire des métaux à grains ultrafines qui conduit à une augmentation substantielle de la résistance, et sont habituellement classés comme : Nanométrique.

1. A.3.1. Processus de presse angulaire à canal égal (ECAP)

1. A.3.1.a. Présentation de la technique ECAP

Le procédé de déformation plastique sévère le plus connu est l'extrusion coulée à aire égales dite aussi déformation en canaux déviés, communément appelé ECAP, il a été inventé par Segall et ses collaborateurs dans les années 1970 à Minsk, dans l'ancienne union soviétique et décrit par Segall lui-même en 1981 [9].

1. A.3.1.b. Principe de la méthode

Le principe de cette technique repose sur une déformation confinée par cisaillement. L'échantillon de forme cylindrique est contraint à passer, sous l'effet de la pression d'un piston, dans une matrice coulée et de dimension fixes (Ψ, Φ). Une déformation plastique est alors causée, par cisaillement simple dans une petite portion de la bielle, au niveau du plan d'intersection des deux canaux. L'opération est répétée autant de cycles qu'il en faut pour atteindre une large déformation et un affinement microstructural (voir la figure 1.A.2).

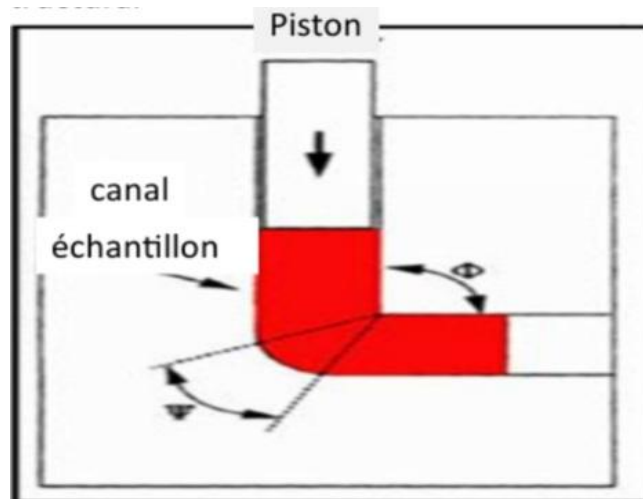


Figure 1.A.2 : Schéma du principe d'ECAP.

À cet égard et en ce qui concerne les échantillons avec des sections transversales carrées, trois types d'itinéraires ont été conçus ; l'itinéraire appelé A, B et C. Ils comportent respectivement des rotations d'échantillon de 0° , 90° et 180° :

- ❖ Route A : L'orientation de la billette reste inchangée entre toutes les passes (voir la figure 1.A.3).
- ❖ Route B (ou B_A) : La billette est tournée autour de son axe longitudinal après chaque passe d'un angle de 90° alternativement dans le sens contraire des aiguilles d'une montre (voir la figure 1.A.3).
- ❖ Route D (ou B_C) : La billette est tournée autour de son axe longitudinal après chaque passe d'un angle de 90° dans le sens des aiguilles d'une montre (voir la figure 1.A.3).
- ❖ Route C : La billette est tournée dans le même sens autour de son axe longitudinal après chaque passe d'un angle de 180° (voir la figure 1.A.3).

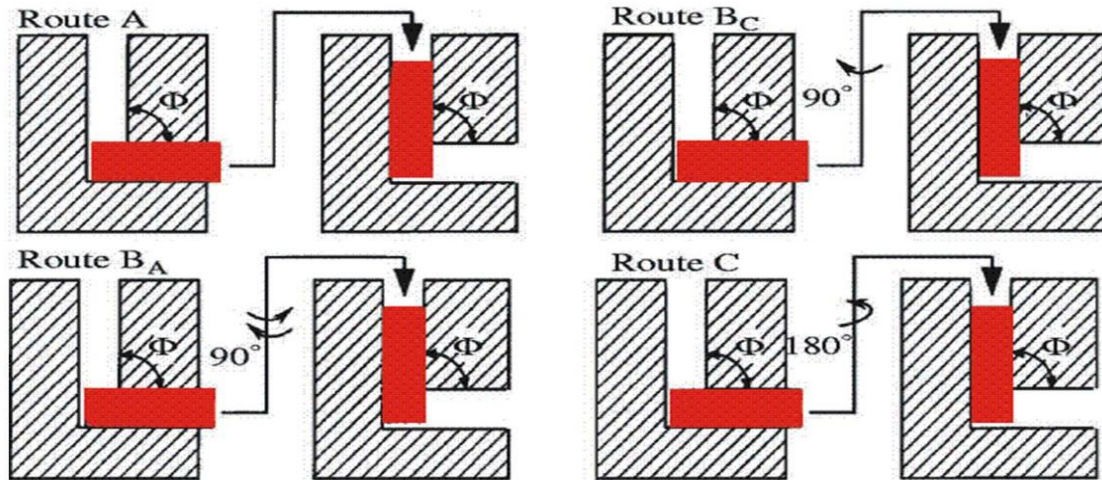


Figure 1.A.3 : Schéma des itinéraires ECAP : route A, B_A, B_C et C.

1. A.4. Modes de déformation dans les matériaux HCP

1. A.4.a. Glissement

La déformation plastique d'un monocristal correspond au mouvement d'un grand nombre de dislocations, ce qu'on appelle le processus de glissement. Mais toutes les dislocations dans un matériau ne sont pas mobiles. Un système de glissement est défini par un plan de glissement (repéré par sa normale unitaire) et par une direction de glissement contenue dans ce plan. En fait, les plans de glissement se révèlent presque toujours être les plans de plus forte densité atomique et les directions de glissement sont les directions cristallographiques les plus denses. Le tableau 1.A.1 présente les différentes familles de système de glissement opérant dans les structures hexagonales.

Les trois premiers systèmes de glissement, basal $\{0001\}$, prismatique $\{10\bar{1}0\}$ et pyramidal du premier ordre $\{10\bar{1}1\}$ ont le même vecteur de Burger $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ($\langle a \rangle$). Mais le glissement pyramidal de deuxième ordre $\{11\bar{2}2\}$ est associé à la direction $\langle 11\bar{2}3 \rangle$ ($\langle c+a \rangle$) ce qui permet au matériau de relaxer la déformation imposée à travers l'axe c et il permet au matériau de se déformer dans toutes les directions (voir la figure 1.A.4).

Vecteur de Burgers	Plan de glissement	Direction de glissement
$\langle a \rangle$	Basal $\{0001\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$
$\langle a \rangle$	Prismatique $\{10\bar{1}0\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$
$\langle a \rangle$	Pyramidale $\{10\bar{1}1\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$
$\langle a+c \rangle$	Pyramidale $\{11\bar{2}2\}$	$\langle 11\bar{2}3 \rangle$

Tableau 1.A.1 : Système de glissement opérant dans les structures hexagonales.

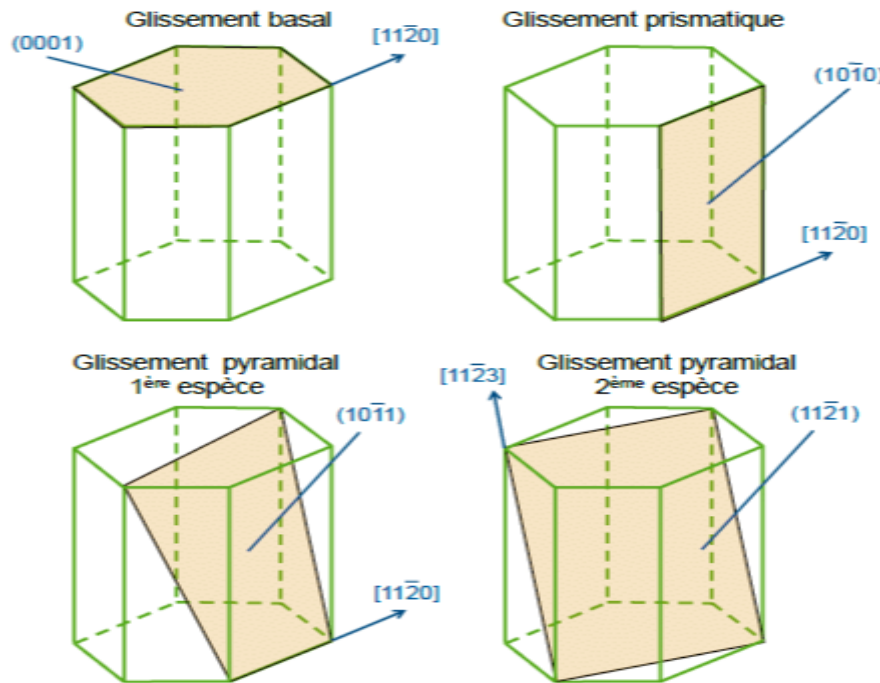


Figure 1.A.4 : Représentation des différents modes de déformation dans les systèmes à base de Magnésium.

1. A.4.b. Maclage

Le maclage se produit lorsqu'une partie du cristal bascule sans changement de la structure du réseau. Ce basculement entraîne la formation d'une interface de maclage (joint de macle) entre la partie maclé (déformée) et la partie non déformée. La direction dans laquelle le mouvement des atomes se fait appelée direction de maclage, et le plan commun entre la matrice et la macle est appelée plan de maclage (voir la figure 1.A.5).

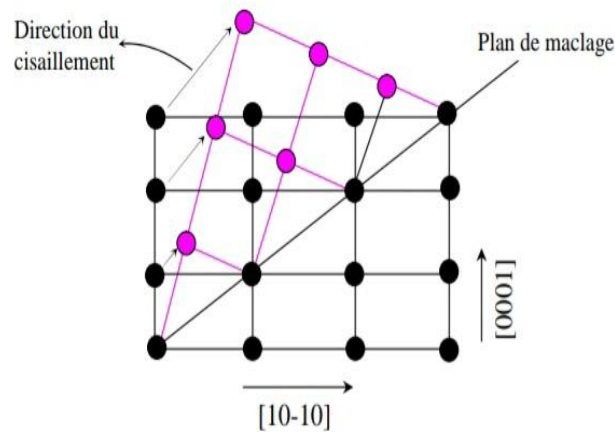


Figure 1.A.5 : Maillage dans le système hexagonal, pour $c/a < 1.73$. Les cercles noirs indiquent les positions des atomes dans le cristal avant le maillage et les cercles roses leurs positions après le maillage.

Dans le cas des alliages de magnésium, les macles peuvent être classées en deux catégories en fonction du mode de sollicitation. Le tableau 1.A.2 présente les différents types de maillage avec leurs axe/angle de désorientation.

Tableau 1.A.2 : Désorientations entre la matrice et les macles primaires et secondaires.

Type de macle	Angle /axe de désorientation
$\{10\bar{1}\}$	$56^\circ \langle 12\bar{1}0 \rangle$
$\{10\bar{1}2\}$	$86^\circ \langle 12\bar{1}0 \rangle$
$\{10\bar{1}3\}$	$64^\circ \langle 12\bar{1}0 \rangle$
$\{10\bar{1}\} - \{10\bar{1}2\}$	$38^\circ \langle 12\bar{1}0 \rangle$
$\{10\bar{1}3\} - \{10\bar{1}2\}$	$22^\circ \langle 12\bar{1}0 \rangle$

❖ **Macle de traction $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}2 \rangle$**

Les macles de traction $\{10\bar{1}2\}$ apparaissent lorsque l'axe $\langle c \rangle$ est sollicité en traction. La Figure 1.A.6 illustre un schéma représentatif de macle de traction. Ici, il y a une rotation des plans cristallographiques de $\sim 86^\circ$ autour de la direction $\langle 11\bar{2}0 \rangle$. Ce type de

macles va permettre un allongement suivant l'axe $\langle c \rangle$ et donc améliorer l'élongation lors d'une sollicitation en traction. Il s'agit de la famille de macles la plus courante, car la plus facile à activer dans les alliages de magnésium.

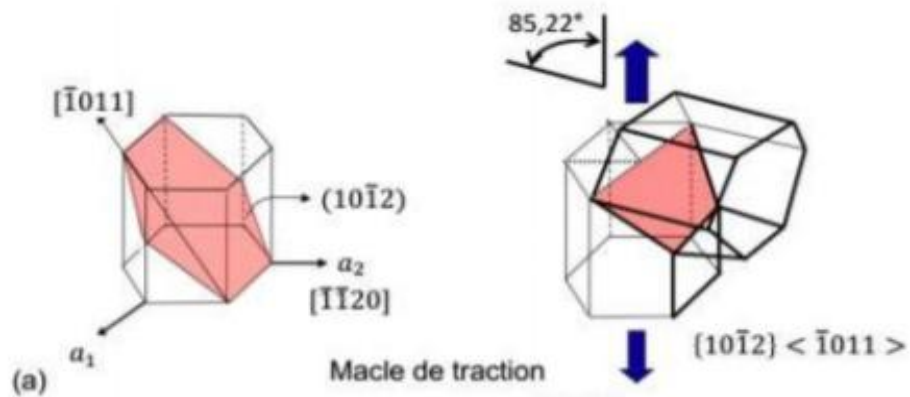


Figure 1.A.6 : Schéma représentatif de macle de traction.

❖ **Macle de compression $\{10\bar{1}1\} \langle 10\bar{1}2 \rangle$**

Les macles de compression $\{10\bar{1}1\}$ apparaissent lorsque l'axe $\langle c \rangle$ est sollicité en compression. La désorientation cristallographique est de 57° autour de la direction $\langle 10\bar{1}2 \rangle$ comme schématisé dans la Figure 1.A.7.

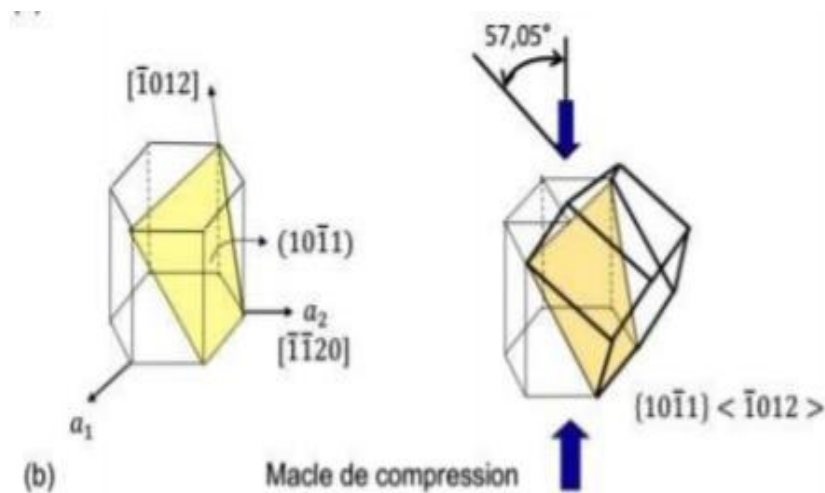


Figure 1.A.7 : Schéma représentatif de macle de compression.

Partie B

Transformations de phases dans les alliages à base de Mg après déformation plastique

1. B.1.Introduction

L'énergie emmagasinée dans un matériau augmente durant la déformation plastique à cause de l'introduction de nombreux défauts cristallins. Le matériau se retrouve dans un état thermodynamiquement instable. Lors d'un recuit, il a tendance à retourner dans un état plus stable grâce à l'activation de phénomènes tels que la restauration et la recristallisation.

1. B.2. Restauration

La restauration est définie comme étant un processus thermique, qui se produit dans le matériau déformé. Au cours de cette étape, on n'a pas de création de nouveaux grains, mais seulement une réduction du nombre de défauts atomique, lacunes et dislocations et réarrangements de ceux-ci en nouvelles configurations plus stables. La restauration permet un rétablissement partiel des propriétés physiques ou mécaniques du matériau écroui [10].

Ce phénomène peut être influencé par le taux de déformation, la température de recuit et les caractéristiques du matériau.

1. B.3. Recristallisation

La recristallisation est un processus par lequel les grains déformés sont remplacés par un nouvel ensemble de grains non déformés qui se développent et se développent jusqu'à ce que les grains d'origine aient été entièrement consommés. La recristallisation s'accompagne généralement d'une réduction de la résistance et de la dureté d'un matériau et d'une augmentation simultanée de la ductilité [11]. La figure 1.B.1 illustre les différentes étapes de restauration et de recristallisation.

Le processus de recristallisation des métaux et alliages déformés plastiquement permet de recouvrer la ductilité et de contrôler la structure granulaire des matériaux métalliques.

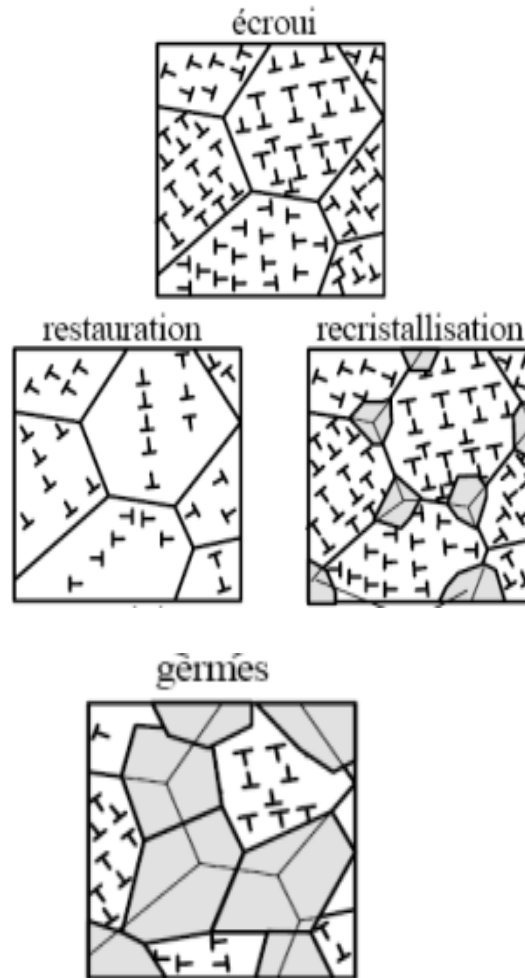


Figure 1.B.1 : Illustration schématique du phénomène de restauration et de recristallisation.

On peut en distinguer deux types de recristallisation : Statique et dynamique.

1. B.3.a Recristallisation statique

La recristallisation statique peut avoir lieu lorsqu'un matériau déformé à froid et subséquemment recuit. Ainsi, elle peut entraîner l'amélioration de la ductilité après le traitement de recuit et l'affinement de la microstructure du matériau déformé.

1. B.3.b Recristallisation dynamique

La recristallisation dynamique est un type de processus de recristallisation. Contrairement à la recristallisation statique, la croissance de nouveaux grains se produisent pendant la déformation plutôt qu'après dans le cadre d'un traitement thermique séparé.

Dans le cas de la déformation à chaud des alliages métalliques la consolidation du métal décroît progressivement lorsque la déformation augmente. C'est ce qui explique qu'un métal est plus « mou » à chaud qu'à température ambiante, les dislocations générées par la déformation étant en partie éliminées à haute température par la restauration.

Chapitre 2

Techniques expérimentales

2.1. Présentation des échantillons

Nous nous intéressons dans notre étude à l'alliage Mg- 0.3Ce (% poids). Cet alliage a été fournis aimablement par des collègues de l'Institut für Metallkunde und Metallphysik (IMM), Aix-la-Chapelle, Allemagne. L'alliage a été fourni sous forme de bloc que nous avons découpée par la suite en parallélépipède (voir figure 2.1).



Figure 2.1 : Présentation de l'échantillon Mg-0.3Ce (% poids) sous forme de bloc.

2.2. Procédé ECAP

Des échantillons cylindriques de 10 mm de diamètre et 55 mm de longueur ont été usinées pour être déformés par ECAP. La déformation par ECAP a été réalisée à température 350 ° C en utilisant une matrice ayant un angle de canal de 90 ° et un angle de 37 ° pour l'arc de courbure externe (voir la figure 2.2).

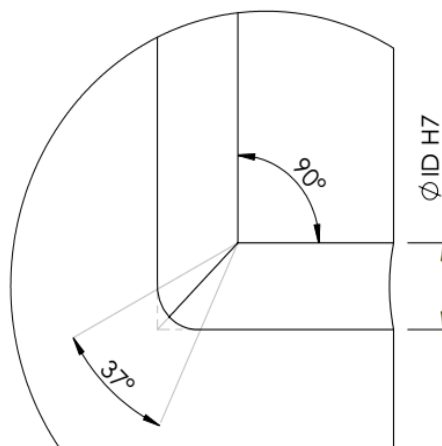


Figure 2.2 : Schéma du moule d'ECAP utilisé.

Les échantillons ont été pressés 1, 2 et 4 passages en suivant la route B_C, où l'échantillon a été tourné autour de l'axe longitudinal de 90 ° dans le sens antihoraire (voir la figure 2.3). La vitesse de déformation était de 0.5 mm / s.

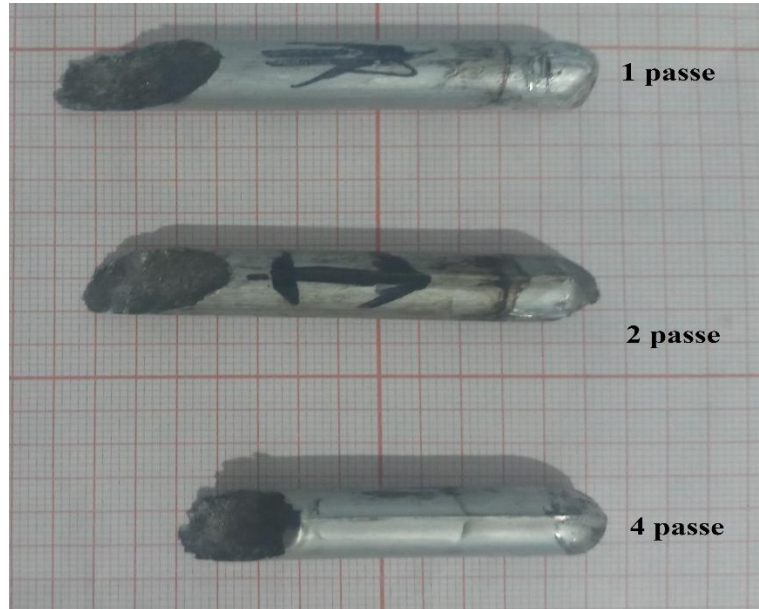


Figure 2.3 : Photos des échantillons après 1, 2 et 4 passes par ECAP suivant la route B_C.

2.3. Techniques de caractérisation

2.3.1. Microscope électronique

La microscopie électronique à balayage (MEB) permet de réaliser des observations morphologiques, de distinguer les détails de l'ordre du centième au nanomètre, grâce à la profondeur de champ.

Sous l'impact du faisceau d'électrons, il y a retro diffusion d'électrons du faisceau incident, émission d'électrons secondaires de faible énergie, provenant de l'ionisation des atomes de l'échantillon, et émission d'électrons Auger et de rayons X caractéristiques des éléments présents dans l'échantillon.

Le détecteur du MEB récupère un mélange en proportion variable d'électrons secondaires et d'électrons retro diffuses, la proportion dépend de l'énergie primaire, de la distance échantillon-objectif, de l'angle d'incidence du faisceau primaire et du matériau observé.

Les électrons secondaires permettent de distinguer les détails de la topographie de surface de l'échantillon. Les électrons retro diffuses permettent d'observer le contraste chimique.

Les observations EBSD ont été effectuées à l'aide d'un microscope électronique à balayage FEG-SEM SUPRA 55 VP fonctionnant à 20 kV. Le microscope est couplé à un système d'analyse chimique de surface l'EDX (voir la figure 2.4).



Figure 2.4 : Photo de Microscope électronique FEG-SEM.

2.3.2. Diffraction des rayons X

Pour l'analyse du profil de la diffraction des rayons X, la surface de chaque échantillon a été polie mécaniquement. L'échantillon est alors passé au diffractomètre des rayons X (XPRT-PRO PW 3040 de Phillips), en utilisant la radiation $\text{Cu K}\alpha$ et en opérant sous une tension de 40 kV et un courant 20 mA. L'angle d'incidence est varié de 5 à 90°, le pas de balayage est de 0.02°.

Chapitre 3

Résultats et discussions

3.1. Caractérisation microstructurale

3.1. a. l'état reçu

La figure 3.1 représente la microstructure de l'état initial de l'alliage Mg-0.3Ce. On peut voir clairement que les grains sont gros et allongés. La taille moyenne des grains est de l'ordre du millimètre (~ 2 mm). De telle microstructure a été largement observée dans les alliages Mg-RE a l'état brut de coulée (as-cast state) [12-15].

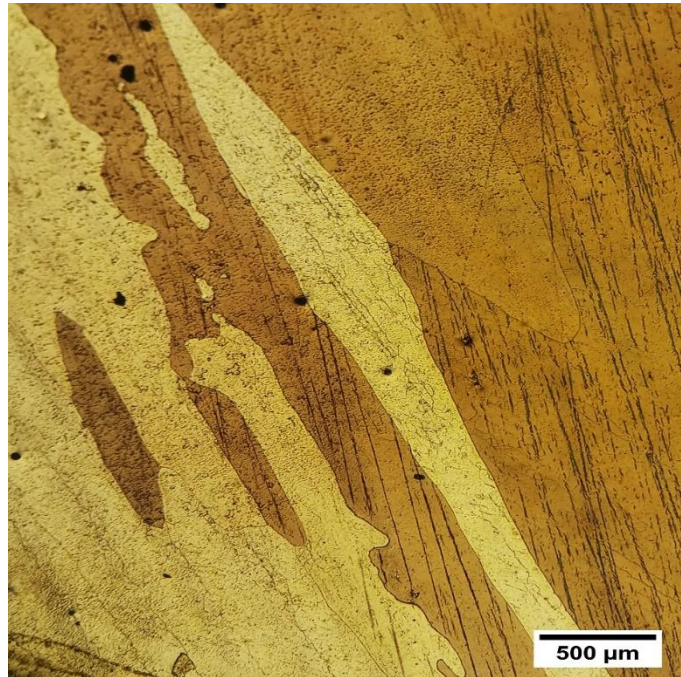


Figure 3.1 : Microstructure à l'état reçu de l'alliage Mg-0.3Ce.

3.1. b. l'état déformé

La Figure 3.2 présente les cartographies d'orientation de l'alliage Mg-0.3Ce après ECAP à 350 °C de 1 jusqu'à 4 passes. On voit clairement que la microstructure change en fonction du nombre de passes. Par exemple, la microstructure de l'échantillon après 1 passe est très hétérogène ou de gros grains sont allongés et entourés de petits grains. La formation de petits grains est dû à la recristallisation dynamique.

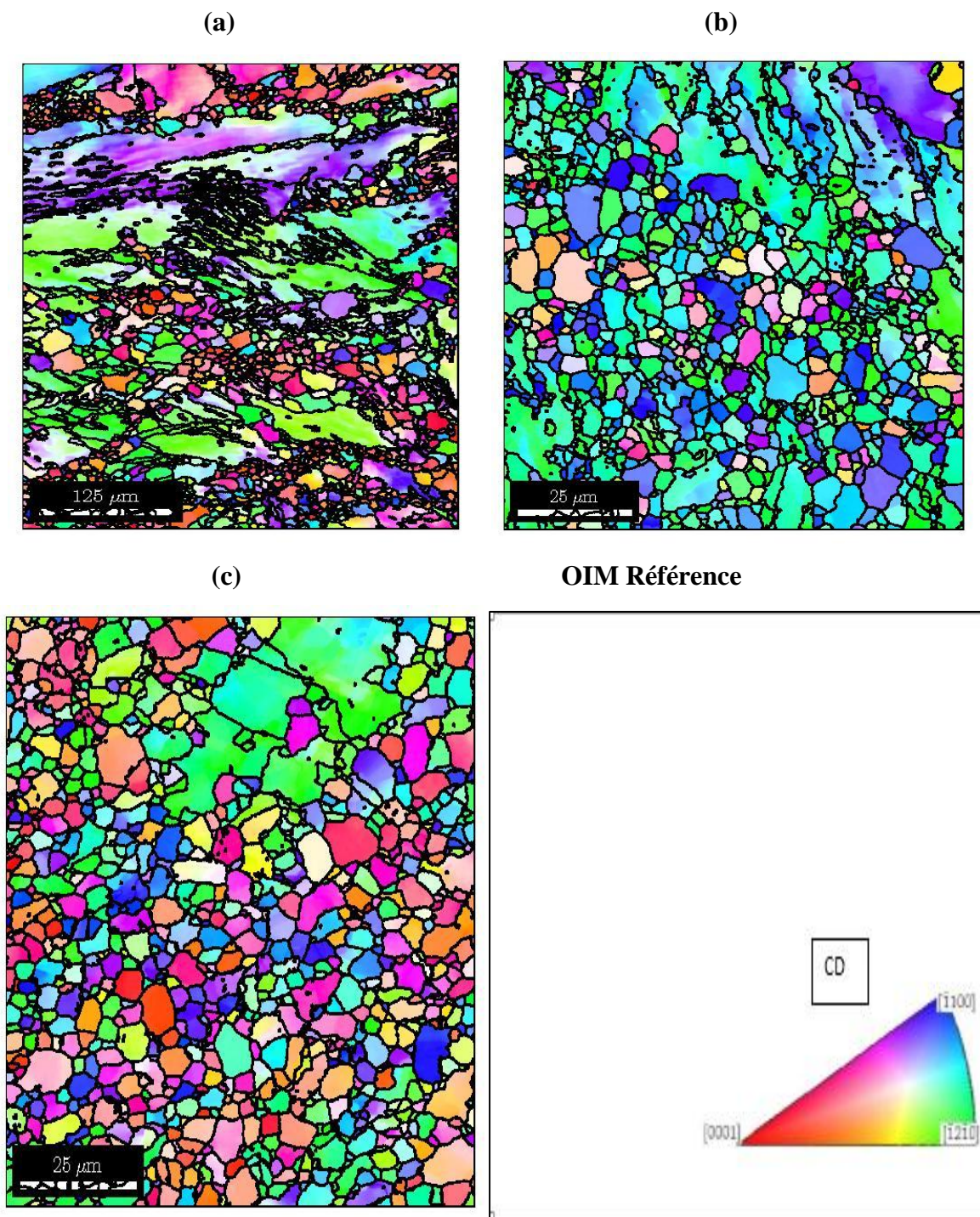


Figure 3.2 : Cartographie d'orientation de l'alliage Mg-0.3Ce après ECAP à 350 °C : (a) 1, (b) 2 et (c) 4 passes.

L'hétérogène de la microstructure diminue en augmentant le nombre de passes. Il est clair que l'échantillon après 4 passes présente une microstructure assez homogène formée de petits grains équiaxes.

Les grains recristallisés peuvent être reconnus en utilisant l'approche de GOS (Grain Orientation Spread, ou Dispersion des Orientations des Grains) où la GOS est définie comme l'écart-type moyen de toutes les orientations à l'intérieur d'un grain [16]. Les grains recristallisés peuvent être identifiés comme des grains ayant des valeurs GOS inférieures à 2° .

La Figure 3.3 présente les cartographies en mode GOS de l'alliage Mg-0.3Ce après ECAP à 350°C jusqu'à 4 passes. Les grains bleus sont recristallisés et les grains rouges sont déformés.

La cartographie GOS de l'échantillon après 1 passe indique qu'un nombre limité de grains sont recristallisés (les grains colorés en bleu ayant des valeurs GOS inférieures à 2°). Les autres petits grains ont des valeurs GOS comprises entre 2 et 4° , ce qui signifie qu'il y a eu une restauration dynamique. La fraction des grains recristallisés augmente avec l'augmentation du nombre de passes. En effet, cela est en bon accord avec la littérature qui considère que la recristallisation dynamique est le mécanisme responsable de l'affinement de la microstructure des alliages à base Mg [14,17-19].

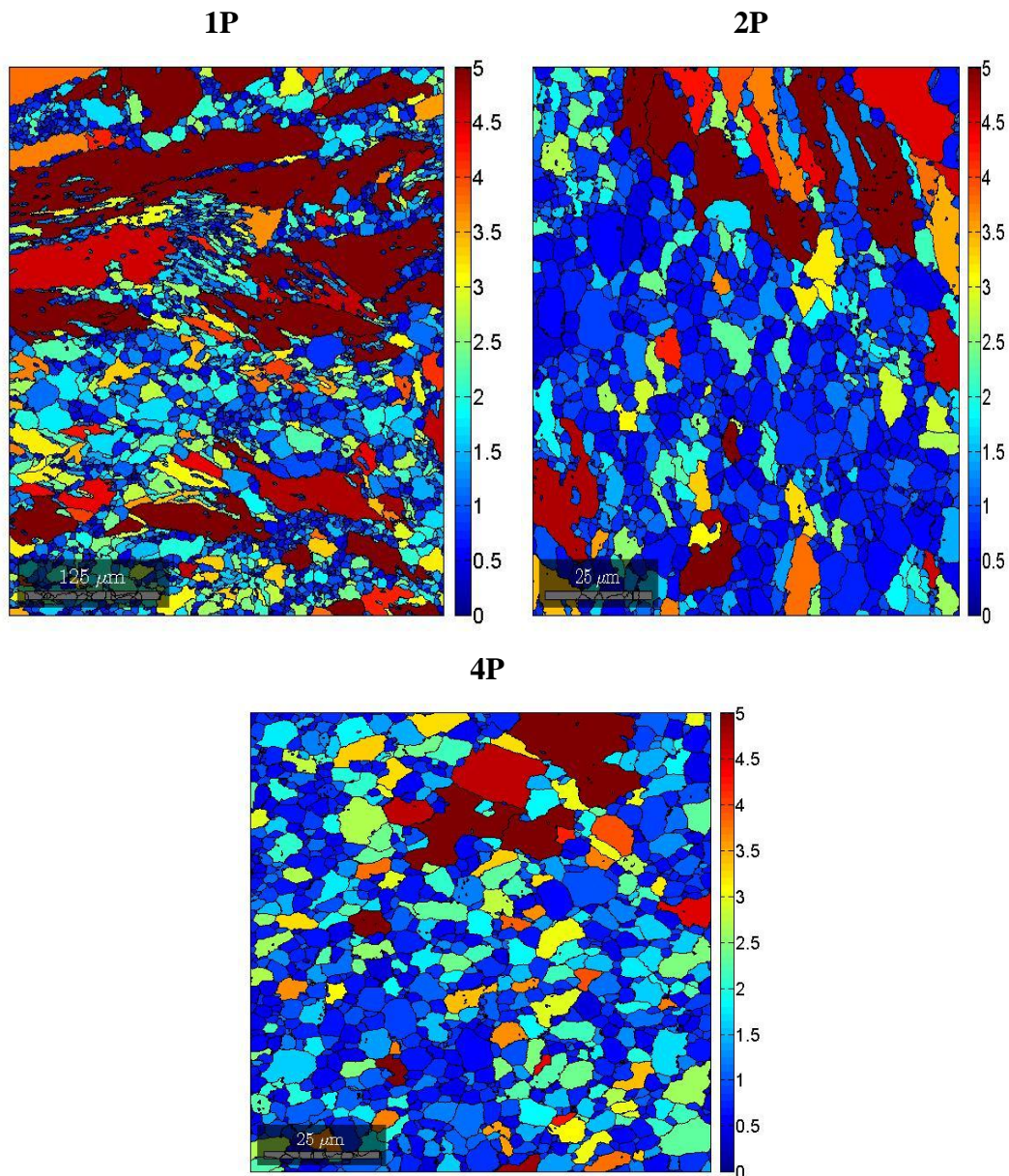


Figure 3.3 : Cartographies montrant la dispersion des orientations des grains (GOS) de l'alliage Mg-0.3Ce après ECAP à 350 °C jusqu'à 4 passes. Les grains bleus sont recristallisés et les grains rouges sont déformés.

Puisque la microstructure est hétérogène, les grains ont été divisés en deux groupes : grains déformés et grains recristallisés. Le tableau 3.1 présente la taille moyenne des grains recristallisés et déformé pour chaque échantillon. On remarque que la taille moyenne des

grains recristallisés diminue de 15.63 μm jusqu'à 4.32 μm en augmentant le nombre de passes. Aussi, on remarque une diminution de la taille des grains déformés avec l'augmentation du nombre de passes.

Tableau 3.1 : Valeurs de la taille moyenne des grains recristallisés et déformé pour chaque échantillon.

Echantillon	Grains recristallisés (μm)	Grains déformés (μm)
1P	15.63	88.90
2P	4.32	15.74
4P	4.32	15.72

3.2. Caractérisation structurale par DRX

Les diagrammes de diffraction des rayons X sont utilisés pour identifier les phases présente et leur propriété structurale dans notre l'alliage. La Figure 3.4 illustre les diffractogrammes de l'alliage Mg-0.3Ce à l'état reçu et déformé par ECAP jusqu'à 4 passes.

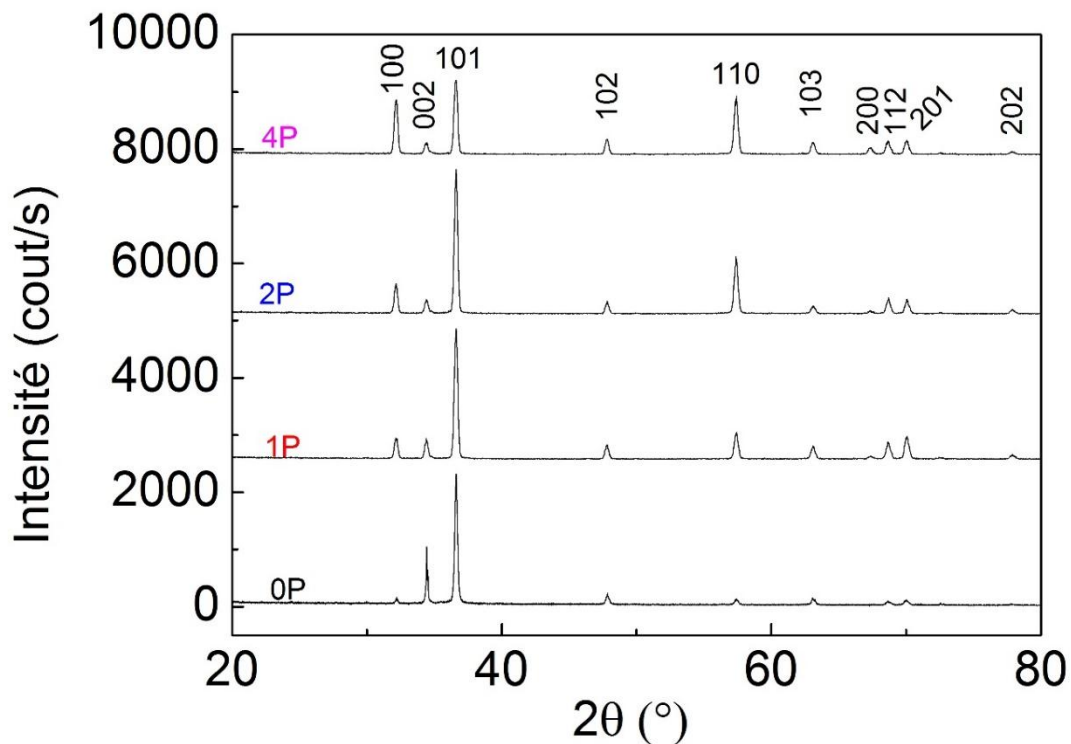


Figure 3.4 : Diffractogrammes des rayons X pour l'alliage Mg-0.3Ce à l'état reçu et déformé par ECAP à 350 °C de 1 jusqu'à 4 passes.

Les pics détectés à $2\theta = 32.17^\circ, 34.33^\circ, 36.59^\circ, 47.81^\circ, 57.37^\circ, 63.13^\circ, 67.34^\circ, 68.68^\circ, 69.91^\circ$ et 77.86° correspondant respectivement aux plans (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112), (201) et (202). Aucune deuxième phase n'a été détectée au fur et en mesure que le nombre de passe augment mais l'intensité des pics (002) et (101) diminuent et alors que l'intensité des pics (100) et (110). L'augmentation ou la diminution des intensités des pics peut être une indication du changement de la microstructure et l'orientation des grains au cours de la déformation.

Il a été démontré par Spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDAX : Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) que l'état reçu de l'alliage Mg-0.3 contenait des phases secondaires comme Mg_xCe_y [14]. A partir des diffractogrammes des rayons X, le rapport (c/a) a été calculé afin de connaître l'effet de la déformation sur les paramètres.

Tableau 3.2 : Les paramètres de maille c, a et le rapport c/a.

Echantillon	c (Å)	a (Å)	c/a
0P	5.212	3.2087	1.62433384
1P	5.208	3.20801	1.62343634
2P	5.202	3.209	1.62106575
4P	5.209	3.2066	1.62446205

Le tableau 3.2 et la figure 3.5 donnent les valeurs c (Å), a (Å) et le rapport (c/a) en fonction de nombre de passes. Au début de la déformation (1P-2P) le rapport c/a diminué jusqu'à (1.62106575) après 2 passes puis il augmente jusqu'à la valeur (1,62446205) après 4 passes. Il est a noté que le rapport c/a de l'état initial et après 4 passes sont très proches.

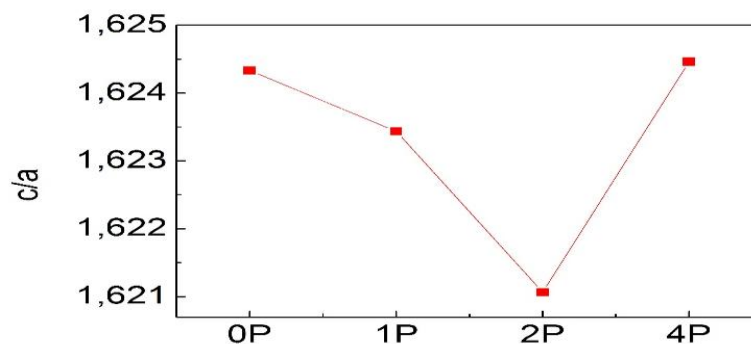


Figure 3.5 : Evolution du rapport (c/a) en fonction du nombre de passe.

Références

- [1] R. Alberny, "Laminage à chaud des produits plats sur train à bandes. Partie 1" Techniques de l'Ingénieur, ref. m7940, 2007.
- [2] M. Zehetbauer, R.Z. Valiev, Nanomaterials by Severe Plastic Deformation: proceedings of the Conference "Nanomaterials by Severe Plastic Deformation, NANOSPD2," December 9-13, 2002, Vienna Austria, in, Wiley-VCH, Weinheim.
- [3] V. M. Segal. Severe plastic deformation: Simple shear versus pure shear. Mater. Sci. Eng. A. 338(1-2) (2002) 331-344.
- [4] R. Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T. G. Langdon, M. J. Zehetbauer, Y. T. Zhu. Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation. JOM. 58(4) (2006) 33-39.
- [5] R. Z. Valiev, N. A. Krasilnikov, N. K. Tsenev, Plastic deformation of alloys with submicron-grained structure, Mater. Sci. Eng. A. 137 (1991) 35-40.
- [6] R. Z. Valiev, Structure and mechanical properties of ultrafine-grained metals, Mater. Sci. Eng. A. 234-236 (1997) 59-66.
- [7] A. Korbel, M. Richert, J. Richert. The Effects of Very High Cumulative Deformation on Structure and Mechanical Properties of Aluminium. Proceedings of Second RISO International Symposium on Metallurgy and Material Science, Roskilde, (1981) 445-450.
- [8] M. Kawasaki, B. Ahn, T. G. Langdon, Microstructural evolution in a two-phase alloy processed by high-pressure torsion, Acta. Mater. 58 (2010) 919-930.
- [9] Abd El Yazid KHEREDDINE, Thèse de Doctorat, caractérisation microstructurale après déformation plastique sévère d'un alliage à base de cuivre, (2013), USTHB.
- [10] Ghania BENCHABANE, Thèse de Doctorat, Les mécanismes de recristallisation et de croissance des grains dans les métaux et alliages métalliques légers, (2009), Biskra.
- [11] R. D. Doherty, D. A. Hughes, F. J. Humphreys, J. J. Jonas, D. J. Jensen, M. E. Kassner, W. E. King, T. R. McNelley, H. J. McQueen, A. D. Rollett, Current Issues in Recrystallization: A Review. Mater. Sci. Eng. A. 238 (1997) 219-274.
- [12] Y. I. Bourezg, H. Azzeddine, T. Baudin, A.L. Helbert, Y. Huang, D. Bradai, T.G. Langdon, Texture and microhardness of Mg-Rare Earth (Nd and Ce) alloys processed by high-pressure torsion, Mater. Sci. Eng. A. 724 (2018) 477-485.
- [13] F. Guerza-Soualah, H. Azzeddine, T. Baudin, A.L. Helbert, F. Brisset, D. Bradai, Microstructural and textural investigation of an Mg-Dy alloy after hot plane strain compression, Journal of Magnesium and Alloys 8 (2020) 1198-1207.

- [14] H. Azzeddine, A. Hanna, A. Dakhouche, L. Rabahi, N. Scharnagl, M. Dopita, F. Brisset, A.L. Helbert, T. Baudin, Impact of rare-earth elements on the corrosion performance of binary magnesium alloys, *J. Alloys Compd.* 829(2020) 154569.
- [15] F. Guerza-Soualah, A. Hanna, H. Azzeddine, A.L. Helbert, F. Brisset, T. Baudin, D. Bradai, The deformation and recrystallization behaviour of an Mg-Dy alloy processed by plane strain compression, *Materials Today Communications*,24 (2020) 101239.
- [16] J.H. Cho, A. Rollett, K. Oh, Determination of a mean orientation in electron backscatter diffraction measurements, *Metall. Mater. Trans. A* 36 (2005) 3427–3438.
- [17] S. Tighiouaret, R. Lachhab, A. Hanna, H. Azzeddine, Y. Huang, T. Baudin, A.L. Helbert, F. Brisset, D. Bradai, T.G. Langdon, Thermal Stability of an Mg–Nd Alloy Processed by High-Pressure Torsion, *Adv. Eng. Mater.*23 (2021) 1527-2648.
- [18] A. Hanna, H. Azzeddine, R. Lachhab, T. Baudin, A.L. Helbert, F. Brisset, Y. Huang, D. Bradai, T.G. Langdon, Evaluating the textural and mechanical properties of an Mg-Dy alloy processed by high-pressure torsion, *J. Alloys Compd.* 778 (2019) 61-71.
- [19] A. Hanna, H. Azzeddine, Y. Huang, D. Bradai, J.M. Cabrera, T.G. Langdon, An investigation of the thermal stability of an Mg-Dy alloy after processing by high-pressure torsion, *Mater. Charact.* 151 (2019) 519-529.

Conclusion générale

Dans ce travail, nous avons étudié l'effet de l'ECAP, un type particulier de déformations plastiques sévères, sur l'alliage binaire Mg-0.3Ce (% en pds.). Pour cela, l'alliage a été déformé à 350 °C via route Bc jusqu'à 1, 2 et 4 passes. Nous nous sommes intéressés à l'étude des changements, avec la déformation sévère, de la microstructure en utilisant les techniques EBSD et la diffraction des rayons X.

Les résultats de l'EBSD ont révélé que le procédé ECAP introduit un important raffinement des grains qui s'accroît avec l'augmentation du nombre de passes. La taille moyenne des grains diminue de 2 mm jusqu'à 4.32 μm après 4 passes, mais l'hétérogénéité de la microstructure laisse penser que la saturation de l'affinement n'est pas encore atteinte.

Les résultats de la diffraction des rayons X ont montré que le rapport (c/a) diminue au début de la déformation puis augmente après 4 passes. La diminution du rapport c/a peut-être expliquée par l'effet de la déformation et l'augmentation des défauts comme les dislocations. Alors que l'augmentation du rapport c/a après 4 passes est probablement due à la recristallisation dynamique et la formation des nouveaux grains en diminuant la densité de dislocations.

Résumé

L'objectif de ce présent travail est étudié l'évolution de la microstructure de l'alliage Mg-0.3Ce (% en pds.) après déformation par ECAP à 350°C via route Bc jusqu'à 1, 2 et 4 passes. Les résultats montrent que la taille moyenne des grains diminue de 2 mm de l'état reçu jusqu'à 4.32 µm après 4 passes, mais l'hétérogénéité de la microstructure laisse penser que la saturation de l'affinement n'est pas encore atteinte.

Mots clés : ECAP, Mg-Ce, déformation, taille des grains, microstructure.

Abstract

The objective of the present work is to investigate the evolution of the microstructure of the Mg-0.3Ce alloy (% in wt.) After ECAP processing at 350 ° C via route BC up to 1, 2 and 4 passes. The results show that the average grain size decreases from 2 mm at the initial state to 4.32 µm after 4 passes, but the heterogeneity of the microstructure suggests that saturation of the refinement has not yet been reached.

Keywords: ECAP, Mg-Ce, deformation, grain size, microstructure.

المخلص

الهدف من هذا العمل الحالي هو دراسة تطور البنية المجهرية لسبائك Mg-0.3Ce (بالوزن %) بعد عملية التشوه بواسطة ECAP عند درجة حرارة 350 درجة مئوية عبر المسار Bc حتى 1 و 2 و 4 تمريرات. أظهرت النتائج ان متوسط حجم الحبوب ينخفض بمقدار 2 مم من الحالة الابتدائية الى 4.32 ميكرومتر بعد 4 ممرات، لكن عدم تجانس البنية المجهرية يشير الى ان تشبع التحسين لم يتم الوصول اليه بعد.

الكلمات المفتاحية: ECAP، Mg-Ce، التشوه، حجم الحبيبة، البنية المجهرية.