

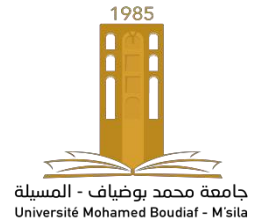
Université Mohamed Boudiaf - M'sila

FACULTÉ DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE PHYSIQUE

Numéro de série :.....

Numéro d'inscription : D.PHA/3C/02/19



Thèse

Présentée pour l'obtention du diplôme de
DOCTORAT 3ème cycle :

Spécialité : Physique

Option : Physique Appliquée

THEME

**Etude de la cinétique de recristallisation après déformation d'un
alliage à base de magnésium**

Présentée Par

SADI Salaheddine

Soutenue publiquement, le 06 / 07 / 2023 à 9 h devant le Jury composé de :

Nom & Prénom	Grade	Etablissement	Qualité
MEZRAG Fadila	Professeur	Univ. de M'sila	Présidente
AZZEDDINE Hiba	Professeur	Univ. de M'sila	Directrice de thèse
BOUREZG Yousf Islem	Maître de conférence A	Univ. de Djelfa	Examineur
DEBIH Ali	Maître de conférence A	Univ. de M'sila	Examineur

Remerciements

Tout d'abord, je remercie ALLAH le tout-puissant de m'avoir doté du courage et de la volonté pour finir ce travail.

Je remercie infiniment ma directrice de thèse, **Pr. Hiba AZZEDDINE**, pour m'avoir dirigé au cours de ce travail.

Je suis profondément reconnaissant au **Dr. Abdelkader HANNA** pour son aide à réaliser ce travail.

C'est un honneur pour moi que **Pr. Fadila MEZRAG** ait accepté de présider le jury. Mes sincères remerciements vont aux **Dr. BOUREZG Yousf Islem** de l'université de Djelfa et **Dr. Ali DEBIH** de l'université de M'sila pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Je remercie beaucoup le **Dr. Talal Al-SAMMAN**, de l'institut IMM-RWTH, Allemagne, et **Dr- Ing. Norbert HORT** du MagIC Magnesium Innovations Center, Allemagne, pour avoir aimablement fourni les échantillons.

Je tiens à remercier le **Pr. Jose Maria CABRERA** de l'Université polytechnique de Cataluña, Espagne, pour sa collaboration.

Je remercie aussi le **Dr. Thierry BAUDIN** et **François BRISSET** de l'Université de Paris-Sud, France pour leurs collaborations très efficace.

Enfin, mes sincères remerciements vont à l'ensemble du personnel académique et administratif du département de Physique de l'Université Mohamed Boudiaf - M'sila.

SADI Salaheddine

Table des matières

Introduction générale	1
Chapitre I :Etude bibliographique	6
Partie A :Mécanismes de déformation plastique	7
I.A.1. Modes de déformation dans les matériaux à structure hexagonale	8
I.A.2. Facteurs influents sur l'activation des systèmes de glissement et de maclage dans l'alliage de Magnésium	12
Références	15
Partie B :Procédés de déformation plastique	16
Introduction	17
I.B.1. Différentes techniques de déformation plastique conventionnelle.....	17
I.B.2 Différentes techniques de déformation plastique sévère	18
Références	23
Partie C: Phénomènes de Recristallisation	25
Introduction	26
I.C.1. Recristallisation dynamique	26
I.C.2. Recristallisation statique.....	26
I.C.3. Cinétique de recristallisation statique.....	29
I.C.4. Cinétique de la croissance normale	31
Références	35
Chapitre II :Techniques expérimentales	37
II.1 Matériaux étudiés.....	38
II.2 Déformation plastique et Traitement thermique	39
II.3 Préparation des échantillons	41
II.4 Techniques de caractérisation	41
Chapitre III : Résultats et discussions	43
Partie A :Évaluation de la cinétique de recristallisation statique et de croissance des grains de l'alliage AZ31 laminé à chaud	44
III.A.1. Microstructure de deformation	45
III.A.2. Cinétique de la recristallisation statique	46
III.A.3 Cinétique de la croissance des grains	54
III.A.4. Relation Hall-Petch.....	61
Références	63

Partie B : Caractérisation de la microstructure et texture cristallographique de l'alliage Mg-Ce après ECAP (Equal Channel Angular Pressing)	67
III.B.1. État initial avant le traitement ECAP	68
III.B.2. Evolution de la microstructure après déformation par ECAP	68
III.B.3. Développement de la texture après ECAP	83
Références	87
Partie C :Évolution de la microstructure et de la texture cristallographique d'un alliage Mg-Ce traité par ECAP pendant un recuit isotherme	92
III.C.1. Effet de la déformation ECAP sur la recristallisation statique et la croissance des grains	97
III.C.2. Effet de la fraction de recristallisation dynamique sur les mécanismes de recristallisation statique	105
Références	108
Conclusion générale	111
Résumé	114

Introduction générale

Introduction générale

De nos jours, les industries du transport s'intéressent de plus en plus à la conception de véhicules légers afin de répondre aux exigences rigoureuses en matière de productivité du carburant et de réduction de la pollution environnementale. Les alliages légers à base de magnésium (Mg) sont des candidats attirants pour être utilisés dans ces industries en raison de leur rapport en comportement mécanique / poids élevé [1]. Cependant, les alliages à base de Mg endurent d'une faible formabilité à basse température à cause de la limitation des systèmes de glissement actifs et de la formation d'une forte texture basale au cours du processus de déformation [2].

L'affinement des grains et la modification de la texture par l'application des traitements thermomécaniques ou l'ajout des éléments d'addition comme les terres rares (rare-earth, RE) ont prouvé leur efficacité à perfectionner les propriétés mécaniques des alliages à base de Mg et ont permis la fabrication de nouveaux alliages à base de Mg présentant des combinaisons requises de résistance et de ductilité [3–7].

A haute température, la formabilité des alliages à base de Mg est accrue et améliorée en raison de l'activation thermique de systèmes de glissement supplémentaires et de l'apparition de la recristallisation dynamique. En réalité, la recristallisation dynamique est le mécanisme principal responsable de l'affinement des grains dans les alliages à base de Mg au cours du processus de déformation [8–11].

Cependant, la croissance des grains se produit généralement au cours du phénomène de la recristallisation statique et entraîne une perte de stabilité thermique [12–14]. Donc, il est crucial de distinguer les cinétiques de recristallisation statique et de croissance des grains des alliages à base de Mg.

Généralement, toute évaluation de la cinétique de recristallisation statique et de croissance des grains est basée sur deux paramètres : 1) un exposant phénoménologique qui caractérise le mécanisme responsable de la recristallisation et/ou de la croissance des grains et 2) l'énergie d'activation qui détermine l'ampleur de la résistance à toute croissance des grains. Les énergies d'activation calculées pour la recristallisation et la croissance des grains pour des alliages à base de Mg sont généralement comparées à l'énergie d'activation de la diffusion aux joints des grains (92 kJ/mol) ou à l'énergie d'autodiffusion du Mg au volume (135 kJ/mol) [15].

Des travaux sont encore nécessaires pour bien comprendre la cinétique de la recristallisation statique et de la croissance des grains afin d'optimiser et de contrôler les propriétés physiques et métallurgiques des alliages à base de Mg. En effet, les cinétiques

de recristallisation statique et de croissance des grains des alliages à base de Mg sont fortement liées à leurs états métallurgiques et paramètres microstructuraux tels que les éléments d'alliage, la taille des grains, l'orientation des grains, la nature et la géométrie des joints de grains, et la distribution des phases secondaires [16-20].

Dans ce cadre, le but de ce travail est l'évaluation de la cinétique de recristallisation statique et de croissance des grains des alliages à base de Mg après déformation conventionnel tel que le laminage et déformation sévère comme le pressage angulaire à canal égal (Equal Channel Angular Pressing, ECAP).

Premièrement, l'alliage AZ31 (Mg-3Al,1Zn, % en poids) a été laminé à chaud à 350 °C jusqu'à une réduction d'épaisseur de 70 %, puis recuit à 150, 250 et 350 °C pendant 5 min à 24 h. Deuxièmement, l'alliage Mg-0.3Ce (% en poids) a été déformé après ECAP pour $N = 1, 2,$ et 4 passes à 300 °C et suivi d'un recuit isotherme à 450 °C pendant 5, 30, 60, et 180 min.

Les résultats sont discutés en fonction de l'effet de la déformation, mécanismes de recristallisation dynamique, présence de phase secondaire et de l'état initial.

Donc, ce manuscrit est subdivisé en trois chapitres :

Dans le premier chapitre, nous exposons quelques considérations générales et aspects théoriques sur les modes de déformation dans les matériaux à structure hexagonale, les procédés de mise en forme conventuelles et d'hyper déformation ainsi que sur la recristallisation et croissance des grains des alliages à base de Mg après déformation.

Dans le deuxième chapitre, nous présentons les alliages étudiés, procédés de mise en forme utilisés, et les procédés expérimentaux de caractérisations.

Dans le troisième chapitre seront présentées les principaux résultats de cette étude et leurs interprétations et discussions. Enfin, une conclusion et des perspectives seront présentées.

Références

- [1] Kainer, K. U. (2016). Challenges for implementation of magnesium into more applications. *Magnesium Technology 2016*, 1-6.
- [2] Mordike, B. L., & Ebert, T. (2001). Magnesium: properties—applications—potential. *Materials Science and Engineering: A*, 302(1), 37-45.
- [3] Biswas, S., Dhinwal, S. S., & Suwas, S. (2010). Room-temperature equal channel angular extrusion of pure magnesium. *Acta materialia*, 58(9), 3247-3261.
- [4] Zhang, F., Zhang, K. X., Tan, C. W., Yu, X. D., WANG, F. C., & CAI, H. N. (2011). Microstructure and mechanical properties of Mg-Gd-Y-Zr alloy processed by equal channel angular pressing. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 21(10), 2140-2146.
- [5] Minárik, P., Král, R., Pešička, J., Daniš, S., & Janeček, M. (2016). Microstructure characterization of LAE442 magnesium alloy processed by extrusion and ECAP. *Materials Characterization*, 112, 1-10.
- [6] PMinárik, P., Král, R., Čížek, J., & Chmelík, F. (2016). Effect of different c/a ratio on the microstructure and mechanical properties in magnesium alloys processed by ECAP. *Acta Materialia*, 107, 83-95.
- [7] Sabat, R. K., Brahme, A. P., Mishra, R. K., Inal, K., & Suwas, S. J. A. M. (2018). Ductility enhancement in Mg-0.2% Ce alloys. *Acta Materialia*, 161, 246-257.
- [8] Beer, A. G., & Barnett, M. R. (2008). Microstructure evolution in hot worked and annealed magnesium alloy AZ31. *Materials Science and Engineering: A*, 485(1-2), 318-324.
- [9] Abouhilou, F., Hanna, A., Azzeddine, H., & Bradai, D. (2019). Microstructure and texture evolution of AZ31 Mg alloy after uniaxial compression and annealing. *Journal of Magnesium and Alloys*, 7(1), 124-133.
- [10] Guerza-Soualah, F., Hanna, A., Azzeddine, H., Helbert, A. L., Brisset, F., Baudin, T., & Bradai, D. (2020). The deformation and recrystallization behaviour of an Mg-Dy alloy processed by plane strain compression. *Materials Today Communications*, 24, 101239.
- [11] Guerza-Soualah, F., Azzeddine, H., Baudin, T., Helbert, A. L., Brisset, F., & Bradai, D. (2020). Microstructural and textural investigation of an Mg–Dy alloy after hot plane strain compression. *Journal of Magnesium and Alloys*, 8(4), 1198-1207.
- [12] Su, C. W., Lu, L., & Lai, M. O. (2008). Recrystallization and grain growth of deformed magnesium alloy. *Philosophical Magazine*, 88(2), 181-200.

- [13] Chao, H. Y., Sun, H. F., Chen, W. Z., & Wang, E. D. (2011). Static recrystallization kinetics of a heavily cold drawn AZ31 magnesium alloy under annealing treatment. *Materials Characterization*, 62(3), 312-320.
- [14] Guan, D., Rainforth, W. M., Ma, L., Wynne, B., & Gao, J. (2017). Twin recrystallization mechanisms and exceptional contribution to texture evolution during annealing in a magnesium alloy. *Acta Materialia*, 126, 132-144.
- [15] Atkins, A. G. (1984). *Deformation-mechanism maps (the plasticity and creep of metals and ceramics): by HJ Frost and MF Ashby*, Pergamon, Oxford 1982. ISBN 0-08-029338-7, ix+ 166 pages, illustrated, flexicover, US \$25.
- [16] Higgins, G. T. (1974). Grain-boundary migration and grain growth. *Metal Science*, 8(1), 143-150.
- [17] Thein, M. A., Lu, L., & Lai, M. O. (2006). Kinetics of grain growth in nanocrystalline magnesium-based metal-metal composite synthesized by mechanical alloying. *Composites science and technology*, 66(3-4), 531-537.
- [18] Silva, C. J., Kula, A., Mishra, R. K., & Niewczas, M. (2016). Grain growth kinetics and annealed texture characteristics of Mg-Sc binary alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 687, 548-561.
- [19] Jin, Z., Yu, D., Wu, X., Yin, K., & Yan, K. (2016). Drag effects of solute and second phase distributions on the grain growth kinetics of pre-extruded Mg-6Zn alloy. *Journal of Materials Science & Technology*, 32(12), 1260-1266.
- [20] Humphreys, F. J., & Hatherly, M. (2004). *Recrystallization of single-phase alloys. Recrystallization and related annealing phenomena*, 215-I

Chapitre I :Etude bibliographique

Partie A : Mécanismes de déformation plastique

I.A.1. Modes de déformation dans les matériaux à structure hexagonale

I.A.1.1. Glissement cristallographique

L'analyse cristallographique des échantillons déformés montre que les glissements s'opèrent dans les plans et les directions les plus denses. En effet, le volume du cristal reste inchangé lors du glissement puisque ce dernier se produit par cisaillement entre des plans parallèles [1].

I.A.1.1.1. Activation des systèmes de glissement

La déformation plastique se réalise selon un nombre limité de modes de déformation. Si une force en traction simple F est appliquée sur un échantillon monocristallin, uniquement la composante projetée sur un système de glissement activé peut causer une déformation plastique. Avec les annotations présentées dans la Figure 1.A.1, l'expression de la scission résolue de la composante tangentielle τ au plan et dans la direction de glissement est donnée par la formule suivante :

$$\tau = \frac{F}{S} \cos \lambda \cos \kappa = \sigma \cdot m \quad (1)$$

Où m est le facteur de Schmid pour un système glissant.

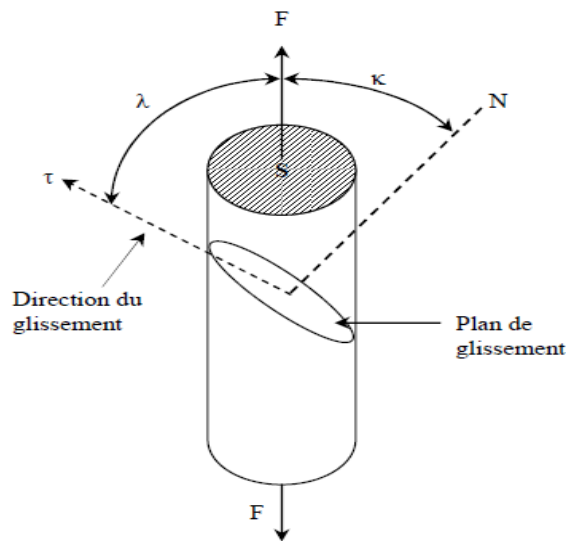


Figure I.A.1 : Projection de la force appliquée sur un plan de glissement et scission résolue τ dans une direction de glissement [1].

I.A.1.1.2 Systèmes de glissement dans le magnésium et ses alliages

Le Tableau I. A.1 montre les différents systèmes de glissement présentés dans les alliages à base Mg. De toute évidence le glissement, basal $\{0001\}$, prismatique $\{10\bar{1}1\}$, et pyramidale du premier ordre $\{10\bar{1}1\}$ ont le même vecteur Burger $\langle a \rangle$. Seul

glissement pyramidal du second ordre $\{11\bar{2}2\}$ permet au matériau de se déformer dans toutes les directions (Figure I. A.2).

Tableau I.A.1 : Systèmes de glissement dans les structures hexagonales [2].

Vecteur de Burgers	Plan de glissement	Direction de glissement	Nombre total de systèmes de glissement	Nombre total de systèmes de glissement indépendants
$\langle a \rangle$	Basal $\{0001\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	3	2
$\langle a \rangle$	Prismatique $\{10\bar{1}0\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	3	2
$\langle a \rangle$	Pyramidal $\{10\bar{1}1\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	6	4
$\langle a+c \rangle$	Pyramidal $\{11\bar{2}2\}$	$\langle 11\bar{2}3 \rangle$	6	5

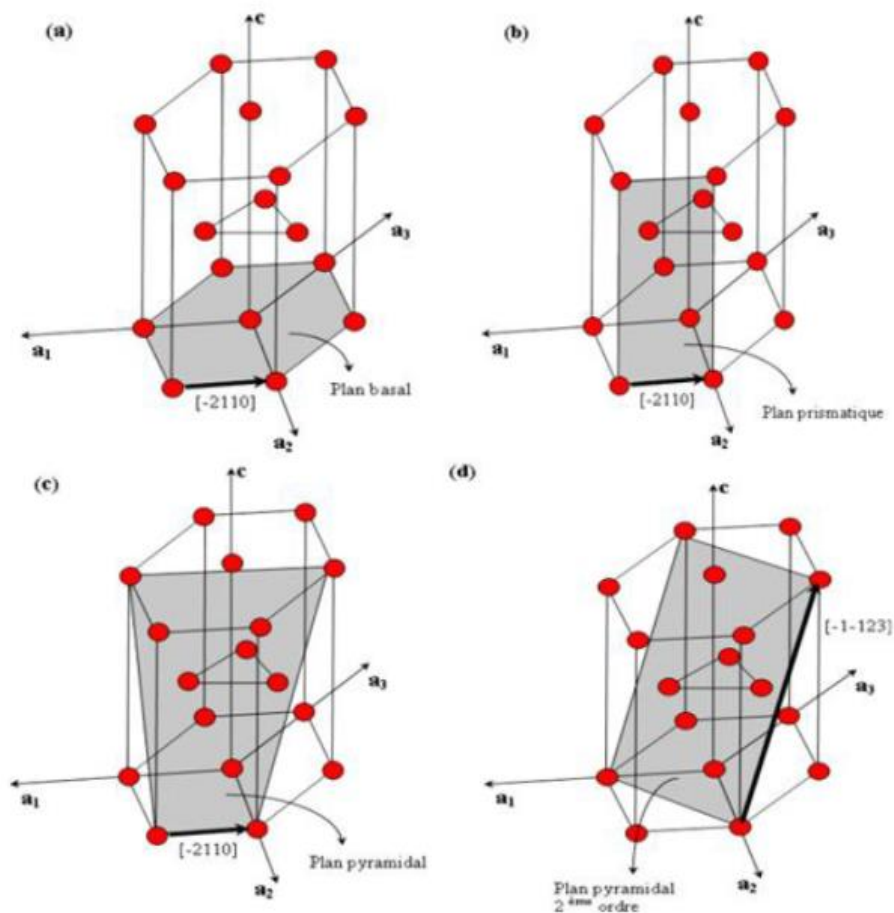


Figure I.A.2 : Les différents glissements : a) basal $\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$, b) prismatique $\{10\bar{1}0\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$, c) pyramidal $\{10\bar{1}1\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ et d) pyramidal $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$.

I.A.1.2. Maclage

Lors du maclage une partie du cristal est transformée en une orientation à symétrie miroir par rapport à la matrice (voir Figure I.A.3). La direction du mouvement des atomes est nommée direction de macles, et le plan commun entre la matrice et la macle est nommé plan de macles [1].

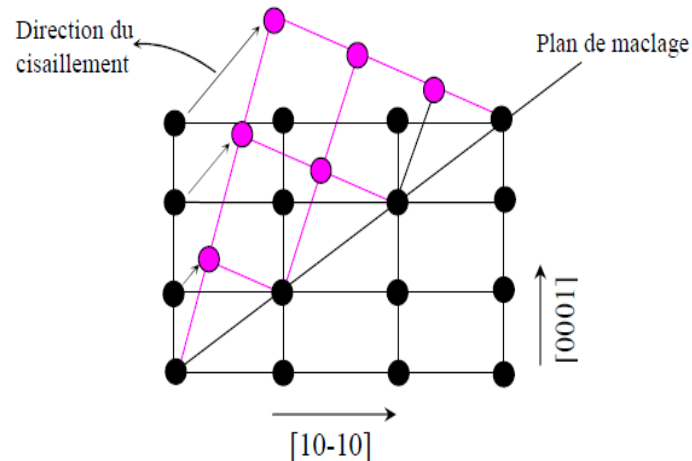


Figure I.A.3 : Exemple d'une macle dans les alliages à base Mg. Les boules noires indiquent l'emplacement des atomes dans le cristal avant le maclage et les boules roses montrent leurs positions après [1].

Dans le cas des alliages à base Mg, les macles sont classées en 3 groupes selon le mode de sollicitation :

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

Macles de traction $\{10\bar{2}0\}$ apparaissent lorsque l'axe c est sollicité en traction. Il y a ici une rotation des plans cristallographiques de $\sim 86^\circ$ autour de la direction $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ (Figure I.A.4 (a)). Ce type de macles va permettre l'allongement selon l'axe c et donc améliorer l'allongement lors d'un effort de traction [3]. C'est la famille de macles la plus courante, car elle est la plus facile à activer dans les alliages à base Mg.

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

Macles de compression $\{10\bar{1}1\}$ apparaissent lorsque l'axe c est accentué en compression. La désorientation cristallographique est de 57° autour du $\langle 10\bar{1}2 \rangle$ direction (Figure I.A.4 (b)) [4].

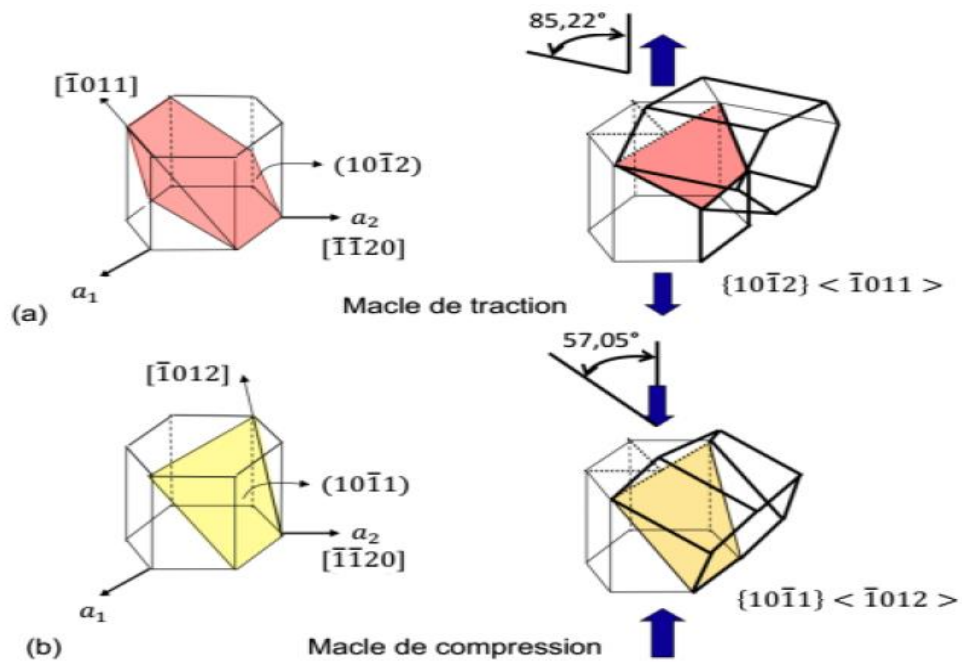


Figure I.A.4 : Schéma représentatif de deux types de macles dans le système hexagonal : (a) macle de traction, (b) macle de compression [4].

- **Double Macle $\{10\bar{1}2\} - \{10\bar{1}1\}$**

Pour les alliages à base Mg, les doubles macles $\{10\bar{1}2\} - \{10\bar{1}1\}$ apparaissent lors de l'activation simultanée des macles de compression et de traction comme illustré dans la Figure I.A.5. La désorientation de ces macles sera la conséquence des désorientations individuelles de chacun des deux macles initiales. L'identification de ces macles peut prêter à confusion, car la double macle formé aura la morphologie d'une macle de compression classique [4].

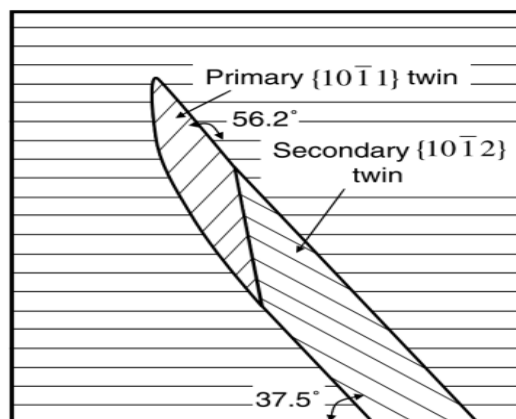


Figure I.A.5 : Schéma du principe de la double macle [5].

Les macles ont des morphologies différentes comme le montre la Figure I.A.6. Les macles de traction ont tendance à être plus larges, plus lenticulaires que les macles

de compression, qui ressemblent davantage à des aiguilles [6]. Les axes et angles de désorientation des différents types de macles sont présentés dans le Tableau I.A.2.

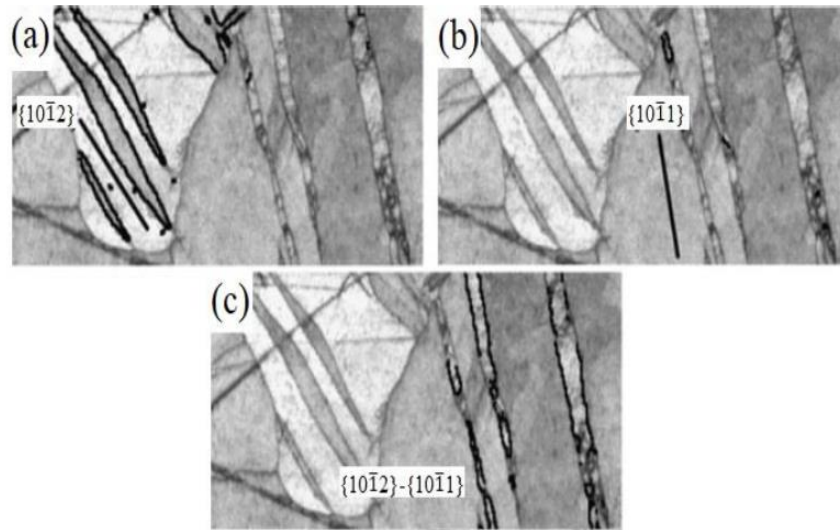


Figure I.A.6 : Micrographie SEM d'un échantillon de Mg pur qui a subi une compression le long de la direction normale, (a) présence de macles de traction $\{10\bar{1}2\}$, (b) présence d'une macle compressive $\{10\bar{1}1\}$, et (c) présence de macles doubles $\{10\bar{1}2\} - \{10\bar{1}1\}$ [7].

Tableau I.A.2 : Axes et angles de désorientation des différents types de macles [2].

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

I.A.2. Facteurs influençant sur l'activation des systèmes de glissement et de maclage dans Mg et ses alliages

I.A.2.1 Effet de l'élément de soluté

L'élément d'ajout peut changer considérablement les activités relatives des différents modes de déformation. Le Tableau I.A.3 montre les valeurs de scission critiques résolues (CRSS) des différents systèmes de glissement et macle en traction pour Mg pur, et les alliages AZ31, ZK60A et WE43.

Tableau I.A.3 : Valeur de CRSS (en MPa) des différents systèmes de glissement et macle en traction pour les alliages à base Mg [7].

Matériau	Système basal	Système prismatique	Système pyramidal	Macle de traction
Mg pur	3.3	35.7	86.2	20
AZ31	18	75	90	33
ZK60A	40	115	125	56
WE43	68	145	210	130

I.A.2.2 Influence de la taille des grains

Figure I.A.7 montre l'existence d'une taille de grain critique de 2.7 μm en dessous de laquelle la transition du maclage de déformation au glissement de dislocation se produit [8].

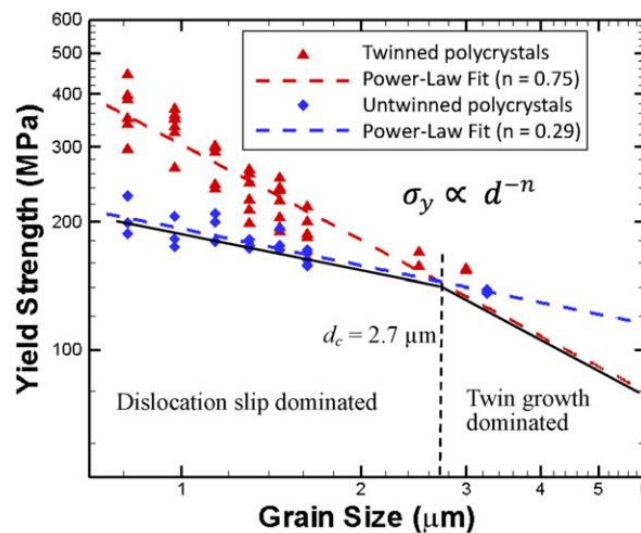


Figure I.A.7 : Limite d'élasticité en fonction de la taille de grain d'un matériau maclé et non- maclé [8].

I.A.2.3 Influence de la température de déformation

Le glissement basal et les macles sont les modes de déformation dominants à température ambiante [5]. La Figure I-A.8 montre que l'activation du prismatique et pyramidal dépend fortement de la température de déformation. Leur valeurs CRSS sont plus faibles en augmentant la température. Cela indique que la déformation à chaud est plus appropriée pour les alliages à base Mg.

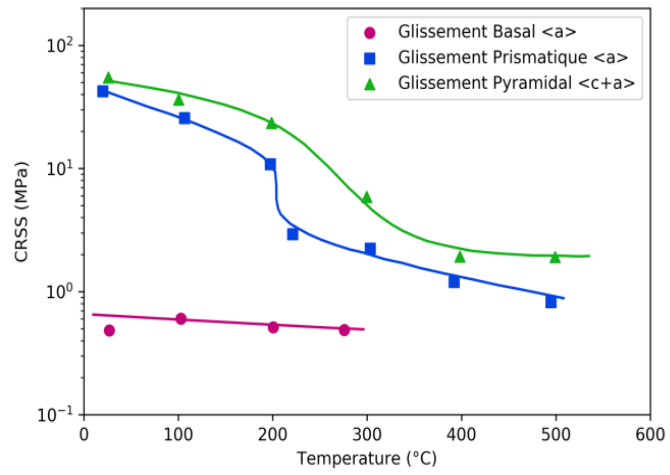


Figure I.A.8 : Effet de la température de déformation sur les valeurs CRSS des systèmes de glissement dans les alliages à base Mg [5].

Références

- [1] Azzeddine, H. (2012). Contribution à l'étude de quelques propriétés physico-métallurgiques des alliages à base de Mg, Thèse de Doctorat, USTHB, Alger.
- [2] Xiaohui L. (2013). Enhanced ductility of Mg alloys containing rare earth elements, Thèse de Doctorat, RWTH Aachen University.
- [3] Barnett, M. R. (2007). Twinning and the ductility of magnesium alloys: Part I: Tension twins. *Materials Science and Engineering: A*, 464(1-2), 1-7.
- [4] Hanna, A. (2021). Etude de quelques propriétés des alliages à base de magnésium après déformation pour utilisation comme biomatériaux, Thèse de Doctorat LMD, Université de M'sila.
- [5] Barnett, M. R., Keshavarz, Z., Beer, A. G., & Ma, X. (2008). Non-Schmid behaviour during secondary twinning in a polycrystalline magnesium alloy. *Acta materialia*, 56(1), 5-15.
- [6] Barnett, M. (2003). A Taylor model based description of the proof stress of magnesium AZ31 during hot working. *Metall Mater Trans A* 34, 1799–1806.
- [7] Arul Kumar, M., Beyerlein, I.J., Tomé, C. (2017) A measure of plastic anisotropy for hexagonal close packed metals: Application to alloying effects on the formability of Mg, *Journal of Alloys and Compounds*, 695, 1488-1497.
- [8] Fan, H., Aubry, S., Arsenlis, A., & El-Awady, J. A. (2016). Grain size effects on dislocation and twinning mediated plasticity in magnesium. *Scripta Materialia*, 112, 50-53.

Partie B :Processus de déformation

Introduction

Le choix des métaux et alliages à utiliser pour tout type de fabrication est souvent le résultat d'un compromis entre plusieurs propriétés mécaniques. Parmi eux on cite la ductilité qui permet de façonner les métaux sans se rompent.

I.B.1. Différentes techniques de déformation plastique conventionnelle

La déformation plastique conventionnelles par exemple par extrusion, compression et laminage entraîne des modifications maîtrisées à la matière usinée, donc provoque des changements au niveau de de la microstructure.

I.B.1.1. Laminage

La Figure I.B.1 illustre le principe du procédé de laminage classique dans le but de réduire l'épaisseur de la matière et l'obtention des tôles plates. L'expression du taux de réduction est la suivante :

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

Où e_0 et e_f sont l'épaisseur initiale et finale du produit.

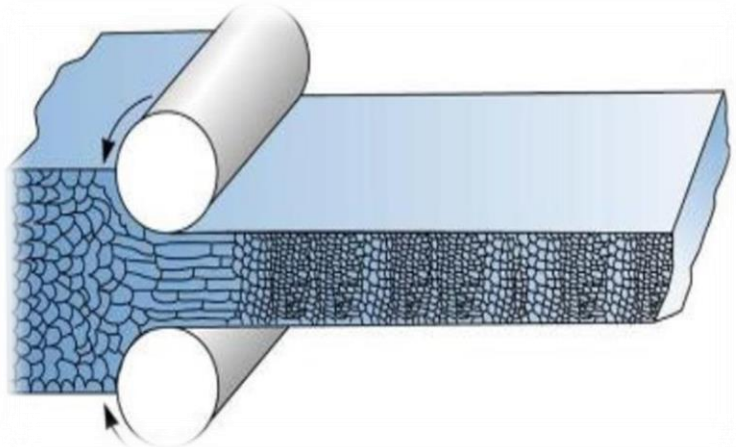


Figure I.B.1: Schéma du Principe de laminage [1].

La Figure I.B.2 montre l'effet du laminage sur l'affinement de la taille des grains dans l'alliage AZ31 où on peut voir facilement que la taille des grains diminue de $16.1 \mu\text{m}$ à l'état initial (Figure I.B.2a) jusqu'à $4 \mu\text{m}$ après une déformation de 85% à laminage (Figure I.B.2b) [2].

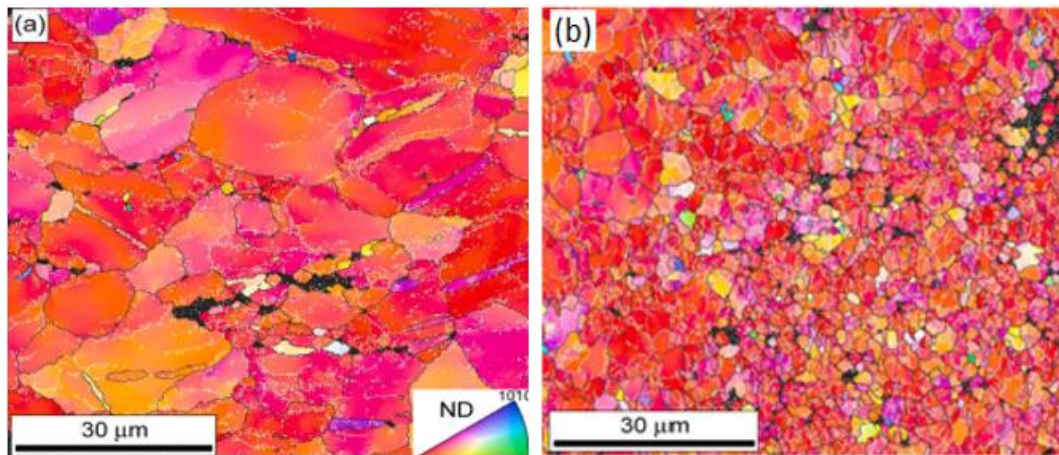


Figure I.B.2 : Microstructure de l'alliage AZ31 à : (a) l'état initial et (b) l'état déformé par laminage à chaud jusqu'à 85% de réduction d'épaisseur [2].

I.B.2 Différentes techniques de déformation plastique sévère

Les procédés d'hyper déformation (Severe Plastic Deformation, SPD) sont des procédés de mise en forme dans lesquels une déformation plastique importante est imposée afin de créer un métal avec une structure à grains ultrafin de l'ordre de nanomètre [3]. Les procédés de déformation sévère les plus communément employés sont :

- Extrusion coudée à aires égales (Equal Channel Angular Pressing, ECAP) [4]
- Soudage par co-laminage (Accumulated Roll Bonding, ARB) [5].
- Torsion sous pression intense (High Pressure Torsion, HPT) [6].

I.B.2.1 Procédé ECAP

Dans le procédé ECAP, des échantillons sous forme de billettes sont pressés avec une forte pression (de l'ordre de 25 tonnes) dans une matrice en forme de L dans le but d'obtenir d'une microstructure à grain ultrafin sans aucune modification de la forme de l'échantillon [7].

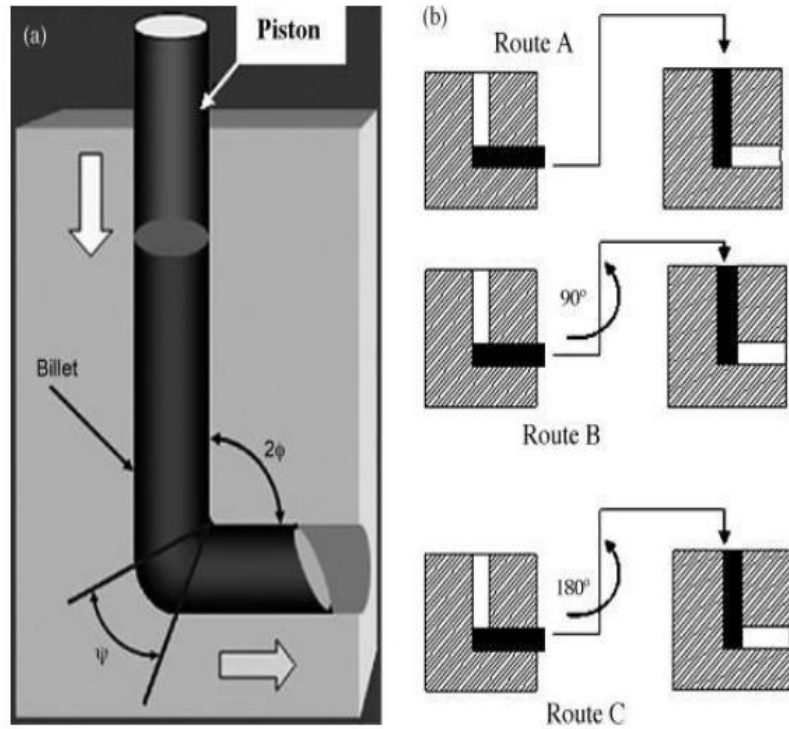


Figure I.B.3 : Schéma du principe et des différents routes ECAP [8].

La Figure I.B.3a présente le schéma de procédé ECAP. Le coude d'extrusion présente deux angles d'intersection : angle externe ψ , et angle interne 2ϕ qui varie entre 90° et 120° . La déformation équivalente peut être estimée par l'équation suivante :

$$\varepsilon = \frac{1}{\sqrt{3}} \left\{ 2 \cot \left(\frac{\phi + \psi}{2} \right) + \cos \sec \left(\frac{\phi + \psi}{2} \right) \right\} \quad (2)$$

Les routes les plus utilisées et citées dans la littérature sont [9] :

- Route A : L'orientation de l'échantillon est la même pour toutes les passes (voir Figure I.B.3b).
- Route B : Après chaque passe, l'échantillon doit être tourné alternativement autour de son axe longitudinal de 90° dans le sens des aiguilles d'une montre et dans le sens inverse des aiguilles (voir Figure I.B.3b).
- Route B_C : Après chaque passe, l'échantillon est pivoté autour de son axe longitudinal d'un angle de 90° dans le sens horaire.
- Route C : Après chaque passe, l'échantillon est pivoté de 180° autour de son axe longitudinal (voir Figure I.B.3b).

I.B.2.2 Procédé ARB

La Figure I.B.4 représente un schéma du principe ARB. Le principe du procédé ARB consiste à superposer deux tôles, et à les laminer généralement à 50% de réduction d'épaisseur pour obtenir une tôle ayant la même épaisseur que la tôle initiale. La tôle obtenue est ensuite coupée en deux pour réaliser le cycle suivant (voir Figure I.B.4). Les interfaces sont généralement dégraissées et brossées pour améliorer la force de liaison. Le procédé ARB n'est pas seulement un processus de déformation mais également un processus de soudage [10]. La déformation est donnée par la l'équation suivante :

$$\varepsilon = \frac{1}{\sqrt{3}} \ln(r) , r = 1 - \frac{t}{t_0} = 1 - \frac{1}{2^n} \quad (3)$$

Où t_0 est l'épaisseur initiale, t est l'épaisseur finale des deux tôles accumulées après ARB et r la réduction d'épaisseur par cycle.

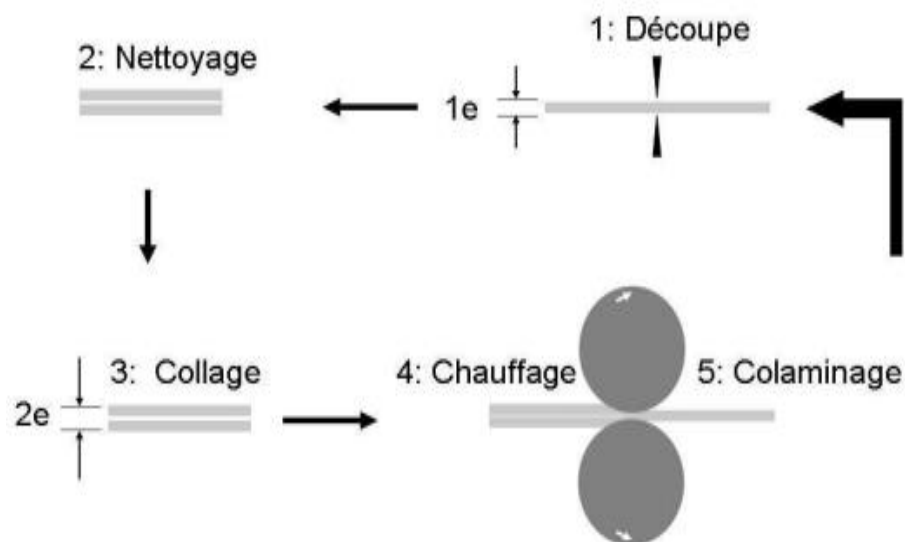


Figure I.B.4 : Schéma des étapes du procédé ARB [11].

La Figure I.B.5 montre l'effet du ARB sur l'affinement de la taille des grains dans l'alliage Mg-5Li-1Al ou on peut voir facilement que la taille des grains diminue de 100 ~ 200 μm à l'état initial (Figure I.B.5a) jusqu'à 30 μm après ARB (Figure I.B.5b) [12].

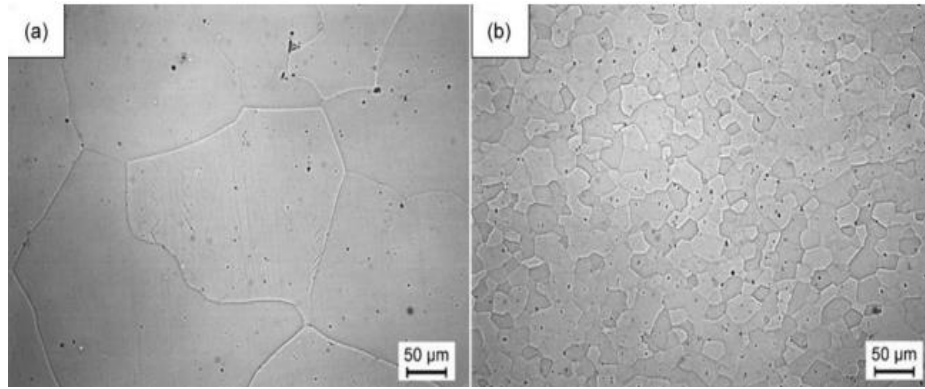


Figure I.B.5 Microstructure de l'alliage Mg-5Li-1Al avant et après ARB [12].

I.B.2.3 Procédé HPT

Dans la déformation HPT, un échantillon sous forme de disque est mis entre deux pistons. Comme le montre la Figure I.B.6, le piston supérieur applique une forte pression (~ 6 GPa) et le piston inférieur applique une déformation de torsion.

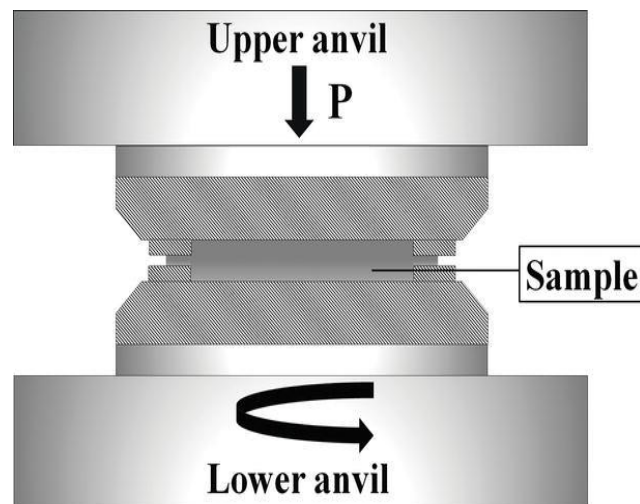


Figure I.B.6. Illustration schématique du procédé HPT [13].

La déformation équivalente, ϵ_{eq} , est donnée par l'équation suivante [14] :

$$\epsilon_{eq} = \frac{2\pi Nr}{h\sqrt{3}} \quad (4)$$

Où N est le nombre de tours, r et h représentent respectivement le rayon et l'épaisseur du disque.

La Figure I.B.7 démontre l'effet du HPT sur l'affinement de la microstructure de l'alliage Mg-0.41Dy où la taille initiale des grains baisse significativement de 2 mm (Figure I.B.7a) jusqu'à $0.8 \mu\text{m}$ après HPT à 15 tours (Figure I.B.7b).

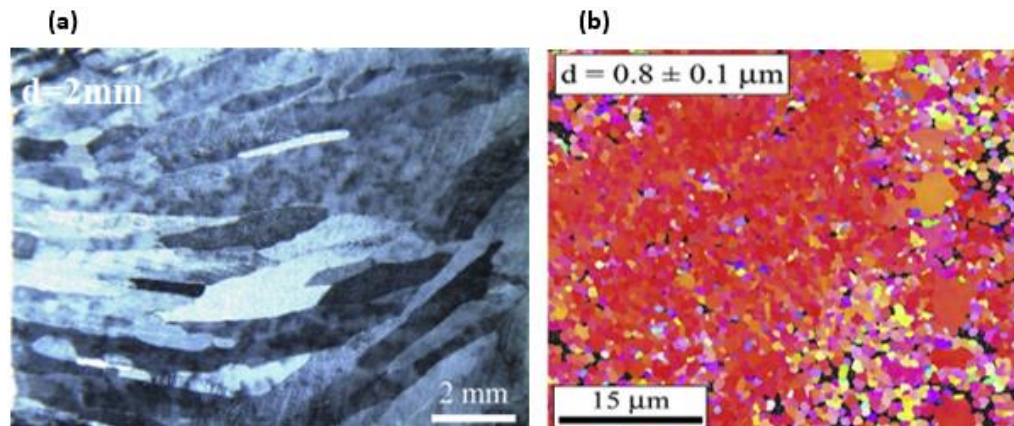


Figure I.B.7 : Microstructure de l'alliage Mg-0.4Dy à : (a) l'état initial et (b) après 15 tours d'HPT [15].

Références

- [1] Hanna A, (2021). *Etude de quelques propriétés des alliages à base de magnésium après déformation pour utilisation comme biomatériaux*, Thèse de Doctorat, Université de M'sila.
- [2] Tighiouaret, S., Hanna, A., Azzeddine, H., Rabahi, L., Dakhouche, A., Brisset, F., ... & Bradai, D. (2021). On the evolution of microstructure, texture and corrosion behavior of a hot-rolled and annealed AZ31 alloy. *Materials Chemistry and Physics*, 267, 124598.
- [3] Zehetbauer, M. J., & Valiev, R. Z. (Eds.). (2006). *Nanomaterials by severe plastic deformation*. John Wiley & Sons.
- [4] V.M. Segal, *Methods of stress-strain analysis in metalforming* Minsk, Sc.D.thesis; 1974.
- [5] Y. Saito, , N. Tsuji, H. Utsunomiya, T. Sakai, R. G. Hong, Ultra-Fine Grained Bulk Aluminum Produced by Accumulative Roll-Bonding (Arb) Process. *Scr. Mater*, Vol.39, pp.1221-1227, 1998.
- [6] J. Languillaume, F. Chmelik, G. Kapelski, F. Bordeaux, A.A. Nazarov, G.R. Cavova, C. Esling, R.Z. Valiev, B. Baudalet, Microstructure and hardness of ultrafine-grained Ni3Al, *Acta Metal. Mater*, vol. 41, pp.2953-2962, 1993
- [7] Murugan, S. S., & Maheswarn, K. (2018). Development of ultra fine grained structure (UFG) on AA6061 and reinforced with CuO composite through equal channel angular pressing (ECAP) process. *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*, 28(4).
- [8] Azushima, A., & Aoki, K. (2002). Properties of ultrafine-grained steel by repeated shear deformation of side extrusion process. *Materials Science and Engineering: A*, 337(1-2), 45-49.
- [9] Horita, Z., Furukawa, M., Nemoto, M., & Langdon, T. G. (2000). Development of fine grained structures using severe plastic deformation. *Materials science and technology*, 16(11-12), 1239-1245.
- [10] Tsuji, N. (2011). Bulk nanostructured metals and alloys produced by accumulative roll-bonding. In *Nanostructured Metals and Alloys* (pp. 40-58). Woodhead Publishing.
- [11] HENNI, F. (2016). *Etude in situ par diffraction des rayons X synchrotron de la cinétique de la précipitation dans l'alliage hyper déformé Cu-Ni-Si* (Doctoral dissertation, Université Mohamed Boudiaf, M'sila).
- [12] Hou, L., Wang, T., Wu, R., Zhang, J., Zhang, M., Dong, A., ... & Krit, B. (2018). Microstructure and mechanical properties of Mg-5Li-1Al sheets prepared by accumulative roll bonding. *Journal of Materials Science & Technology*, 34(2), 317-323.

- [13] Valiev, R. Z. (1997). Structure and mechanical properties of ultrafine-grained metals. *Materials Science and Engineering: A*, 234, 59-66.
- [14] Yusuf, S. M., Chen, Y., Yang, S., & Gao, N. (2020). Microstructural evolution and strengthening of selective laser melted 316L stainless steel processed by high-pressure torsion. *Materials Characterization*, 159, 110012.
- [15] Hanna, A., Azzeddine, H., Lachhab, R., Baudin, T., Helbert, A. L., Brisset, F., ... & Langdon, T. G. (2019). Evaluating the textural and mechanical properties of an Mg-Dy alloy processed by high-pressure torsion. *Journal of Alloys and Compounds*, 778, 61-71.

Partie C: Phénomène de Recristallisation

Introduction

Lorsqu'un matériau écrouit due à une déformation plastique, certaines de ses propriétés physiques et mécaniques changent. Le matériau n'est plus en équilibre, l'apparition de dislocations et de défauts ponctuels lors de la déformation consomme de l'énergie qui reste en grande partie stockée dans le métal. Quand la température est convenable, cette énergie devient un moteur pour la restauration puis la recristallisation ce qui conduit à un réaménagement microstructural.

I.C. Recristallisation

La recristallisation est une transformation où les grains déformés sont évincés par un nouvel ensemble de grains sans défaut qui germent et croient jusqu'à ce que les grains déformés soient entièrement engloutis. On peut distinguer deux types de recristallisation dynamique et statique.

I.C.1. Recristallisation dynamique

La recristallisation dynamique (dynamic recrystallization, DRX) est un type de processus de recristallisation dans laquelle la germination et la croissance de nouveaux grains se produisent pendant la déformation plutôt qu'après dans le cadre d'un traitement thermique séparé (cas de la recristallisation statique).

I.C.2. Recristallisation statique

La force motrice de la recristallisation statique primaire ou discontinue est l'énergie de déformation emmagasinée ce qui conduit au développement de nouveaux grains et la migration de leurs joints de grains [1].

I.C.3. Mécanismes de germination et croissance

- **Recristallisation dynamique continue (CDRX)**

Les joints à faible désorientation (LAGB) se transforment en absorbant des dislocations en joints de grande désorientation (HAGB) et forment ainsi de nouveaux grains [2].

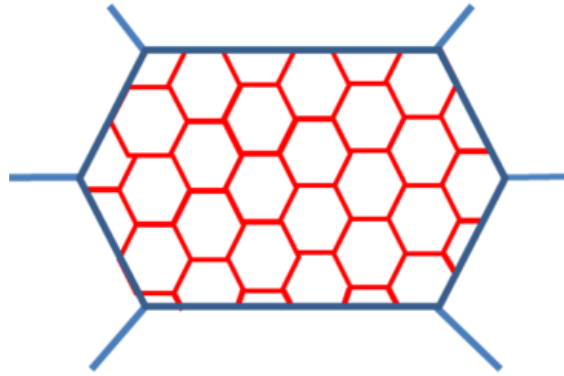


Figure.I.C.1 Schéma illustrant CDRX.

- **Recristallisation dynamique discontinue (DDRX)**

La recristallisation dynamique discontinue est marquée par un processus de germination et de croissance dérivé de l'énergie stockée pendant la déformation [2].

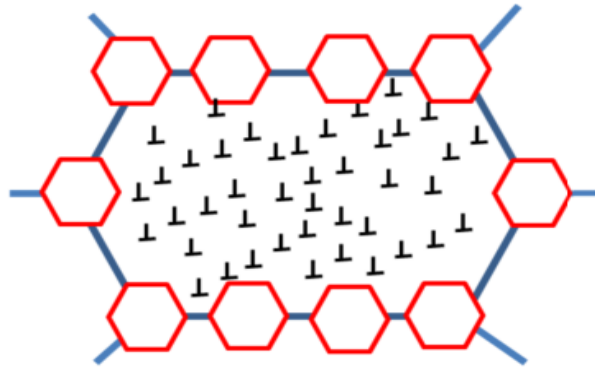


Figure.I.C.2 Schéma illustrant DDRX.

- **Germination induite par maclage**

Les zones de macles possèdent une énergie de déformation stockée très élevée que la matrice et devraient donc être des sites de germination favorables à la recristallisation. La Figure I.C.3 montre un exemple sur la recristallisation dynamique produite dans les régions occupées par les macles [3].

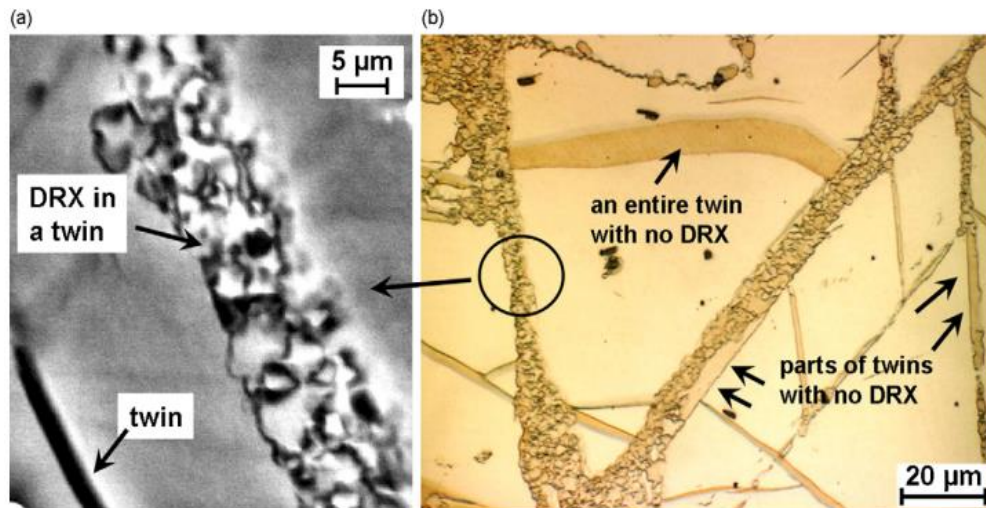


Figure.I.C.3. (a) Photo par SEM et (b) photo par micrographie optique de l'alliage AZ31 déformé à 200 °C par compression uniaxiale [3].

- **Germination stimulée par les particules (Particule Stimulâtes Nucléation, PSN)**

Les dislocations se rassemblent au niveau des particules de taille supérieures à 1 μm et de nouveaux grains commencent à se former.

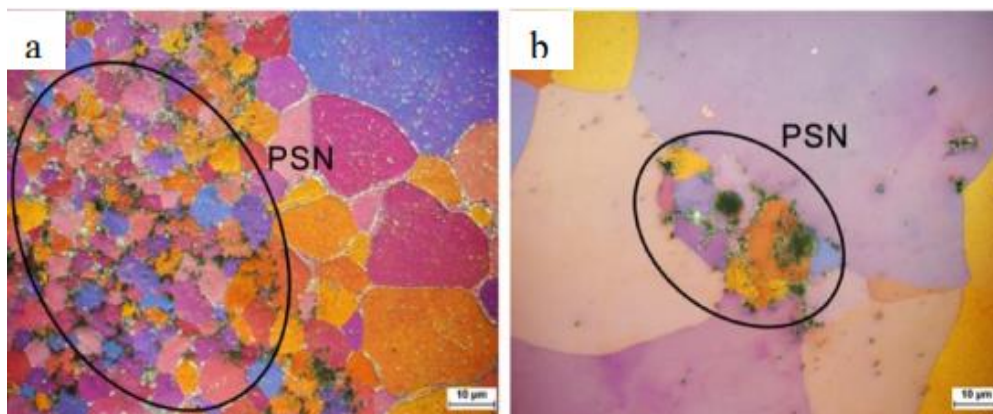


Figure I.C.4 : Microstructures de l'alliage ZEK100 contenant : a) l'élément Ce, et b) l'élément Gd, montrant des indications du mécanismes (PSN) [4].

- **Croissance normale des grains**

Lorsque le processus initial de recristallisation est terminé, la microstructure n'est pas complètement en équilibre car les grains recristallisés continuent de grossir sous l'influence de la température [5].

- **Croissance anormale des grains**

C'est un type de microstructure grossière où certains gros grains poussent inhabituellement rapidement dans une matrice de grains fins avec un taux de croissance très lent.

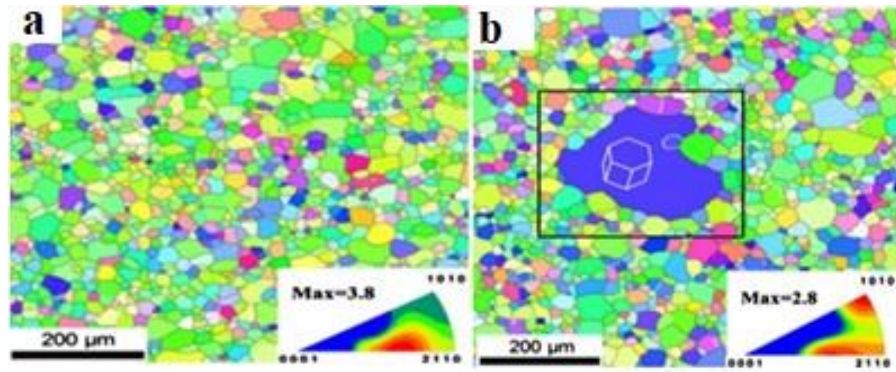


Figure I.C.5 : Microstructure l’alliage Mg-1Gd (% en pds) après extrusion et traitement de recuit à 500 °C pendant : a) 40 min (Croissance normale), b) 80 min (Croissance anormale) [6].

La Figure I.C.5 montre le changement de la microstructure de l’alliage Mg-1Gd (%. en pds) après extrusion et traitement de recuit à 500 °C pour différents temps [6]. Les résultats dévoilent que lorsque le temps de traitement thermique est inférieur à 80 minutes, la croissance granulaire est normale et la taille des grains est 35 μm. Après un traitement thermique de plus de 80 min, il entraîne une croissance anormale des grains, avec la taille des grains de 200 μm [6].

I.C.4. Cinétique de recristallisation statique

Quantitativement, la cinétique de recristallisation statique isotherme peut être exprimée par l’équation de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) [7] :

$$X = 1 - \exp(-kt^n) \quad (1)$$

Où X est la fraction recristallisée, k une constante, et n l’exposant d’Avrami.

Tableau I.C.1 présente les valeurs idéales de l’exposant d’Avrami, n selon la nature de la germination et de la croissance des grains [8].

Tableau I.C.1. Valeurs idéales de l’exposant d’Avrami, n selon la nature de la germination et de la croissance des grains [8].

Géométrie de la croissance	Saturation du site	Taux de nucléation constant
Trois dimensions	3	4
Deux dimensions	2	3
Une seule dimension	1	2

k dépend de la température et peut être exprimée comme suit :

$$k = k_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2)$$

Où k_0 est une constante, Q l'énergie d'activation pour la recristallisation, R constante du gaz parfait ($8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$) et T la température de recuit.

Pour obtenir les valeurs de n et k , il est nécessaire de réécrire l'équation (1) comme suit :

$$\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-X}\right)\right) = \ln k + n \ln t \quad (3)$$

Par conséquent, n est la pente de la courbe $\ln(\ln(1/(1-X)))$ en fonction de $\ln(t)$ et $\ln(k)$ est l'ordonnée à l'origine.

La fraction recristallisée, X , est estimée à partir des valeurs de la microdureté selon l'expression suivante :

$$X = \frac{Hv_{def} - Hv_t}{Hv_{def} - Hv_f} \quad (4)$$

Où Hv_{def} , Hv_t et Hv_f représentent respectivement la microdureté de l'échantillon déformé, recuit au temps t et après recristallisation complète.

On peut aussi l'exprimer en fonction de la taille des grains :

$$X = \frac{d_t - d_0}{d_f - d_0} \quad (5)$$

Où d_t est la taille moyenne des grains de l'échantillon recuit à instant t , d_0 la taille moyenne des grains de l'alliage déformé et d_f la taille moyenne des grains de l'alliage entièrement recristallisé.

En outre, fréquemment les microstructures déformées à chaud subissent une recristallisation dynamique. Donc, la fraction réelle de la recristallisation statique est estimée grâce à l'équation :

$$X_{real} = (1 - X_0)X - X_0 \quad (6)$$

Où X_0 est la fraction de grains recristallisés dynamiquement.

Deux exemples sur l'évolution de la courbe $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-X}\right)\right)$ en fonction de $\ln(t)$ sont présentés dans la Figure.I.C.6. Les valeurs n pour les échantillons recuits sont indiquées dans les graphes. La valeur n de l'échantillon déformé à froid, recensée à partir de la taille moyenne des grains, est proche de l'unité ($n = 0.91$). $n = 0.5$ a été trouvé pour l'échantillon déformé à $200 \text{ }^\circ\text{C}$. On peut constater que les deux techniques, X_d ou X_{Hv} donnent la même valeur n .

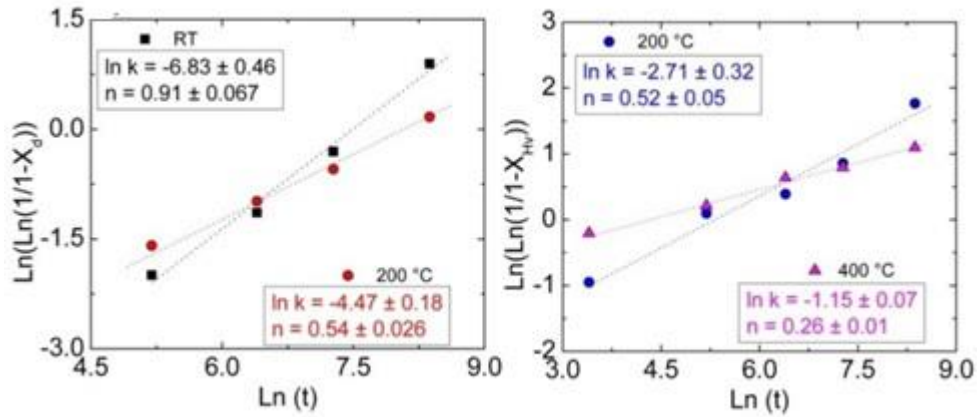


Figure.I.C.6 : $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-X}\right)\right)$ versus $\ln(t)$ pour l'échantillon Mg-0.4Dy (% en pds.) déformé à froid, 200 et 400 °C [9].

Pour l'échantillon déformé à 400 °C, la valeur n diminue à 0.26. Dans ce cas, les auteurs ont expliqué que la recristallisation se produit préférentiellement sur les joints de grains et à l'intérieur des macles et des bandes de cisaillement [9].

I.C.5. Cinétique de la croissance normale

La cinétique de croissance des grains lors d'un recuit isotherme peut être étudiée selon l'équation générale suivante [10]:

$$D^m - D_0^m = ct \quad (7)$$

Où D est la taille moyenne des grains au moment du recuit t , D_0 est la taille moyenne initiale des grains à $t = 0$ (l'état déformé), m l'exposant de croissance des grains et c une constante de vitesse de croissance des grains dépendant de la température de recuit.

Elle peut être exprimée selon l'équation d'Arrhenius :

$$c = c_0 \exp\left(-\frac{Q_g}{RT}\right) \quad (8)$$

Où c_0 est une constante pré-exponentielle et Q_g l'énergie d'activation de la croissance des grains. La vitesse du processus de croissance des grains, dD/dt , peut être dérivée de l'équation (7) :

$$\ln\left(\frac{dD}{dt}\right) = (1 - m)\ln D + \ln\left(\frac{c}{m}\right) \quad (9)$$

La pente de la courbe $\ln(dD/dt)$ versus $\ln(D)$ permet la détermination l'exposant de croissance du grain m . L'exposant de croissance du grain m suppose que la vitesse de migration des joints de grains est relative à la pression d'entraînement sur ce joint [12]. Idéalement, dans le cas de métaux sans défaut, $m = 2$. Cette loi de croissance parabolique

supposée est censée être valable pour les microstructures bidimensionnelles et tridimensionnelles [11].

Le Tableau I.C.2 regroupe les différentes valeurs de l'énergie d'activation de la croissance des grains dans différents alliages à base Mg et sous différentes conditions de déformation et traitement de recuit.

Tableau I.C.2. Cinétique de croissance des grains de certains alliages à base de Mg recueillis dans la littérature.

Alliage	Conditions initiales		Conditions de recuit		Cinétique de la croissance des grains		Ref.
	Type de déformation	D_0 (μm)	T ($^{\circ}\text{C}$)	t (min)	m	Q_g (kJ/mol)	
AZ31	laminage à chaud	5	250-450	15-120	4	80.8	[12]
AZ31	presse à chaud	0.04	300-400	30-60	5	110	[13]
AZ31	Laminage	5.3	260-450	15-10080	5	115	[14]
AZ31	accumuler des liens de compression	<1	350-450	10-240	5	105	[15]
AZ31	0	1.9	150-500	30-300	2	29 (<250 $^{\circ}\text{C}$) 92 (>250 $^{\circ}\text{C}$)	[16]
Mg-Al-Zn-Mn-Ca	laminage à chaud	-	300-400	60-600	1.9-2.2	115.48	[17]
Mg-1.43Nd	HPT	0.6	150-450	60	2	26 (<250 $^{\circ}\text{C}$) 147 (>250 $^{\circ}\text{C}$)	[18]
Mg-xSc						76 (x = 0.2)	
x = 0.2, 0.3, 0.45 (wt.%)	laminage à chaud		350-450	60	3	68 (x = 0.3) 100 (x = 0.45)	[19]
Mg-5Al-xTi		0.015 (x=0)			7(x = 0)	119(x=0)	
x = 0, 10.3 (wt.%)	mécanosynthèse	0.022 (x=10.3)	300-500	15-480	8(x =10.3)	123(x=10.3)	[20]
Pure Mg	laminage à chaud	16.3	150-450	1-1440	13	95	[21]
Mg-3Gd-1Zn	laminage à chaud	14	200-500	15-240	2.19-2.51	101	[22]

Références

- [1] Doherty, R. D., Hughes, D. A., Humphreys, F. J., Jonas, J. J., Jensen, D. J., Kassner, M. E., & Rollett, A. D. (1998). Current issues in recrystallization: A review. *Materials Today*, 1(2), 14-15.
- [2] Al-Samman, T., Molodov, K. D., Molodov, D. A., Gottstein, G., & Suwas, S. (2012). Softening and dynamic recrystallization in magnesium single crystals during c-axis compression. *Acta materialia*, 60(2), 537-545.
- [3] Al-Samman, T., & Gottstein, G. (2008). Dynamic recrystallization during high temperature deformation of magnesium. *Materials Science and Engineering: A*, 490(1-2), 411-420.
- [4] Al-Samman, T., & Li, X. (2011). Sheet texture modification in magnesium-based alloys by selective rare earth alloying. *Materials Science and Engineering: A*, 528(10-11), 3809-3822.
- [5] Humphreys, F. J., & Hatherly, M. (2012). *Recrystallization and related annealing phenomena*. Elsevier.
- [6] Wu, W. X., Jin, L., Zhang, Z. Y., Ding, W. J., & Dong, J. (2014). Grain growth and texture evolution during annealing in an indirect-extruded Mg–1Gd alloy. *Journal of alloys and compounds*, 585, 111-119.
- [7] Avrami, M. (1939). Kinetics of phase change. I General theory. *The Journal of chemical physics*, 7(12), 1103-1112.
- [8] Christian, J. W. (1975). The theory of transformations in metals and alloys I. *Equilibrium and general kinetic theory*, 586.
- [9] Guerza-Soualah, F., Hanna, A., Azzeddine, H., Helbert, A. L., Brisset, F., Baudin, T., & Bradai, D. (2020). The deformation and recrystallization behaviour of an Mg-Dy alloy processed by plane strain compression. *Materials Today Communications*, 24, 101239.
- [10] Su, C. W., Lu, L., & Lai, M. O. (2008). Recrystallization and grain growth of deformed magnesium alloy. *Philosophical Magazine*, 88(2), 181-200.
- [11] Liu, W. H., Wu, Y., He, J. Y., Nieh, T. G., & Lu, Z. P. (2013). Grain growth and the Hall–Petch relationship in a high-entropy FeCrNiCoMn alloy. *Scripta Materialia*, 68(7), 526-529.
- [12] Miao, Q., Hu, L., Wang, X., & Wang, E. (2010). Grain growth kinetics of a fine-grained AZ31 magnesium alloy produced by hot rolling. *Journal of Alloys and Compounds*, 493(1-2), 87-90.

- [13] Wang, X., Hu, L., Liu, K., & Zhang, Y. (2012). Grain growth kinetics of bulk AZ31 magnesium alloy by hot pressing. *Journal of Alloys and Compounds*, 527, 193-196.
- [14] Bhattacharyya, J. J., Agnew, S. R., & Muralidharan, G. (2015). Texture enhancement during grain growth of magnesium alloy AZ31B. *Acta Materialia*, 86, 80-94.
- [15] Ma, J., Yang, X., Huo, Q., Sun, H., Qin, J., & Wang, J. (2013). Mechanical properties and grain growth kinetics in magnesium alloy after accumulative compression bonding. *Materials & Design*, 47, 505-509.
- [16] Su, C. W., Lu, L., & Lai, M. O. (2007). Mechanical behaviour and texture of annealed AZ31 Mg alloy deformed by ECAP. *Materials science and technology*, 23(3), 290-296.
- [17] Wang, Q., Jiang, B., Tang, A., Fu, J., Jiang, Z., Sheng, H., & Pan, F. (2020). Unveiling annealing texture formation and static recrystallization kinetics of hot-rolled Mg-Al-Zn-Mn-Ca alloy. *Journal of Materials Science & Technology*, 43, 104-118.
- [18] Tighiouaret, S., Lachhab, R., Hanna, A., Azzeddine, H., Huang, Y., Baudin, T., Langdon, T. G. (2019). Thermal Stability of an Mg–Nd Alloy Processed by High-Pressure Torsion. *Advanced Engineering Materials*, 21(12), 1900801.
- [19] Silva, C. J., Kula, A., Mishra, R. K., & Niewczas, M. (2016). Grain growth kinetics and annealed texture characteristics of Mg-Sc binary alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 687, 548-561.
- [20] Thein, M. A., Lu, L., & Lai, M. O. (2006). Kinetics of grain growth in nanocrystalline magnesium-based metal–metal composite synthesized by mechanical alloying. *Composites science and technology*, 66(3-4), 531-537.
- [21] Panda, D., Sabat, R. K., Suwas, S., Hiwarkar, V. D., & Sahoo, S. K. (2019). Texture weakening in pure magnesium during grain growth. *Philosophical Magazine*, 99(11), 1362-1385.
- [22] Roostaei, M., Shirdel, M., Parsa, M. H., Mahmudi, R., & Mirzadeh, H. (2016). Microstructural evolution and grain growth kinetics of GZ31 magnesium alloy. *Materials Characterization*, 118, 584-592.

Chapitre II : Techniques expérimentales

II.1 Matériaux étudiés

Deux alliages à base de Mg ont été utilisés au cours de ce présent travail.

II.1.1 Alliage AZ31

Une tôle AZ31 d'une épaisseur de 2.2 mm (voir Figure II.1) a été généreusement reçue de Magnésium Innovations Center (MagIC), Allemagne. La composition chimique de l'alliage AZ31 est donnée dans le tableau II.1.

Tableau II.1. Composition chimique (% en pds) de l'alliage AZ31.

Mg	Al	Zn	Mn	Fe	Cu	Ca
Balance	3.45	0.98	0.28	0.004	0.002	0.002

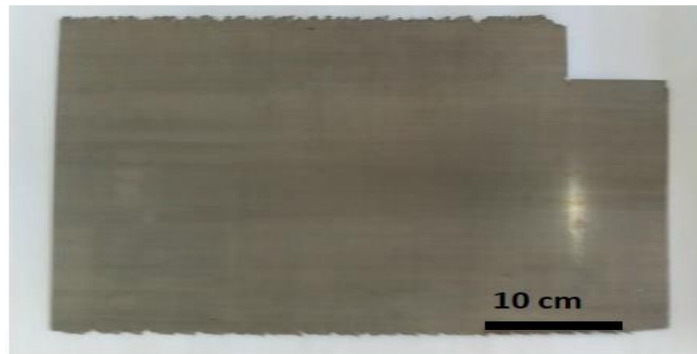


Figure II.1: Photographie de la tôle d'alliage AZ31.

II.1.2 Alliage Mg-RE

L'alliage binaire Mg-0.3Ce (% en pds) a été fourni à l'état brut de coulée par le Dr. Talal Al-Samman de l'Institut IMM-RWTH, Allemagne. L'alliage a été élaboré par fusion et coulée par induction sous atmosphère protectrice de gaz Ar/CO₂ à l'aide d'un moule en cuivre préchauffé, accompagné d'un traitement thermique à 420°C pendant 20 h. La Figure II.2 montre une photographie du bloc d'alliage Mg-0.3Ce. Des cylindriques ont été découpées de dimensions de 10 mm de diamètre et de 55 mm de longueur.



Figure II.2: Photographie représentant le bloc Mg-0.3Ce reçu.

II.2 Déformation plastique et Traitement thermique

Au cours de cette présente étude les alliages à base de Mg ont subi différents types de déformations plastiques et sous différentes conditions de déformation.

II.2.1 Déformation plastique par laminage

L'alliage AZ31 a été laminé à chaud à 350 °C pour une réduction d'épaisseur totale de 70 % avec 10 % de réduction d'épaisseur (0.22 mm par passe) pour chaque passe afin éviter toute fissuration de l'échantillon (voir Figure II.3).

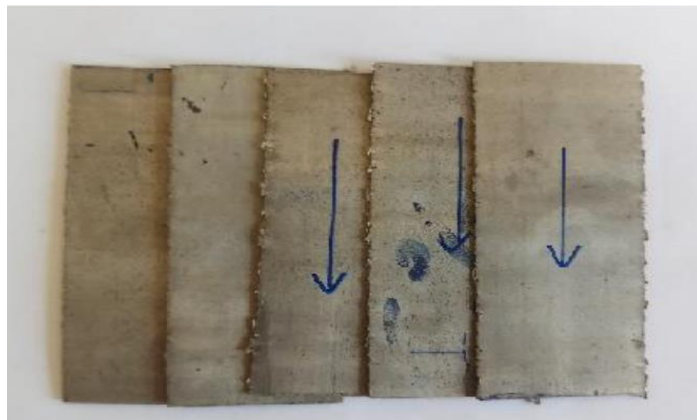


Figure II.3: L'alliage AZ31 après le laminage à chaud jusqu'à 70% de réduction d'épaisseur.

II.2.2 Déformation plastique par ECAP

La déformation par ECAP a été conduite à 150, 250, 300 et 350°C en utilisant une filière ayant un angle de canal de 90° et un angle de 37° pour l'arc de courbure extérieur, comme l'indique la Figure II.4.

Les Figures II.4 b et 4c montrent que les échantillons déformés à 150 et 250 °C ont subi des fissurations macroscopiques lors de la première passe à cause d'une forte

localisation de la déformation par cisaillement. Les échantillons déformés ont 300 et 350 °C ont été pressés jusqu'à 1, 2 et 4 passes via la route B_C et une vitesse de déformation est de 0.5 mm/s (voir Figure II.5).

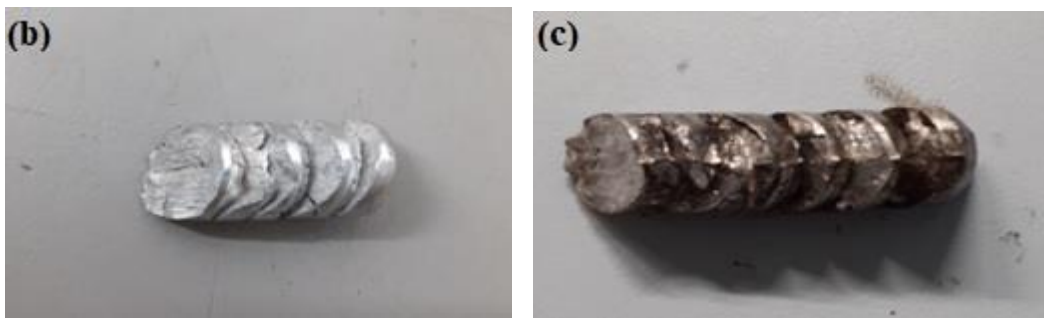
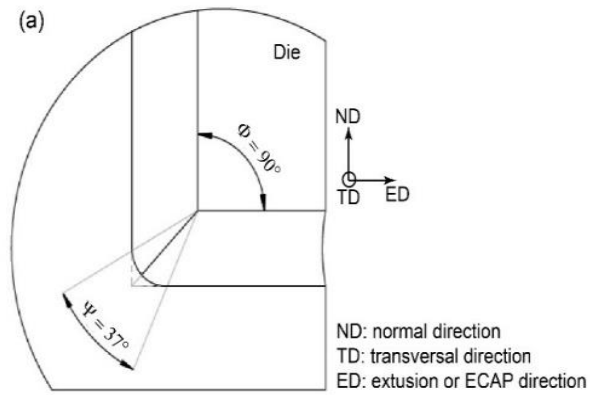


Figure II.4 : (a) Schéma de la matrice ECAP avec axes de référence. Photo et microstructure de l'échantillon fracturé après 1 passage à (b) 150 °C et (c) 250 °C.

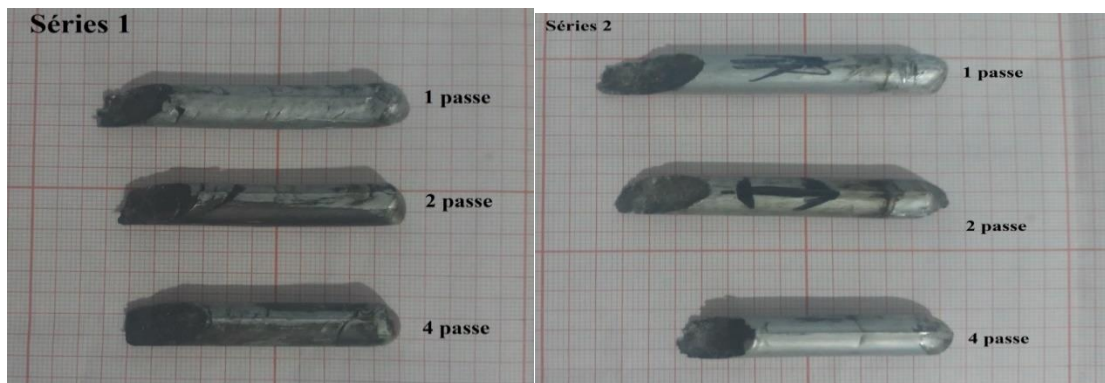


Figure II.5: Photographies des échantillons de Mg-Ce déformés par ECAP : Série 1: déformé à 300°C et Série 2: déformé à 350°C.

II.2.3 Traitement thermique de recuit

La cinétique de recristallisation statique et de croissance des grains de l'alliage laminé AZ31 a été évaluée après un recuit à 150, 250 et 350 °C pendant des durées allant de 5 min jusqu'à 24 h.

Alors que, la recristallisation statique et de croissance des grains de l'alliage Mg-0.3Ce a été étudié après déformation par ECAP à 300 °C pour N = 1, 2 et 4 passes suivi d'un traitement de recuit isotherme à 450 °C pendant 5, 30, 60 et 180 min.

II.3 Préparation des échantillons

Le polissage est l'étape principale de la métallographie pour l'analyse microstructurale par microscope optique (OM) et par microscope électronique à balayage (MEB).

II.3.1 Polissage

- Polissage mécanique d'échantillons avec du papier SiC du P800 au papier SiC P4000 et avec une pâte diamantée 1 µm.
- Electro - polissage dans une solution contenant 3 :5 d'acide phosphorique et d'éthanol. Les conditions d'électropolissage est effectué a température ambiante pendant 30 min sous 3 volt.

II.3.2. Attaque chimique

La révélation de la structure granulaire des échantillons a été réalisée par attaque chimique avec une solution constituée de : 10 ml d'acide acétique, 5 g d'acide picrique, 100 ml d'éthanol et 10 ml d'eau distillée.

II.4 Techniques de caractérisation

II.4.1 Microscope optique

La microstructure de nos échantillons a été analysée à l'aide d'un microscope optique de marque HUND équipé d'un appareil photo numérique au sein du Département de Physique, Faculté des Sciences de l'Université Mohamed Boudiaf, M'sila.

II.4.2 Microscope électronique

Les observations EBSD ont été réalisées sur 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. Les mesures ont été effectuées au sein du Laboratoire « ICMMO », Université Paris Sud en France.

II.4.3. Mesure de dureté Vickers

La réalisation des mesures de la microdureté a été effectuée sur un appareil de type SHIMADZU au sein du Département de Physique, Faculté des Sciences de l'Université Mohamed Boudiaf, M'sila.

Chapitre III : Résultats et discussion

**Partie A :Evaluation de la
cinétique de recristallisation
statique et de croissance des
grains de l'alliage AZ31 laminé
à chaud**

III.A.1. Microstructure de déformation

La Figure III.A.1 présente respectivement les cartographies en microscopie d'imagerie d'orientation (OIM) en figure de pôle inverse (TD-IPF), la qualité de l'image (IQ) avec les joints de grains, dispersion par rapport à l'orientation moyenne du grain (GOS, Grain Orientation Spread) de l'alliage AZ31 déformé. L'approche GOS permet de quantifier la fraction des grains recrystallisés en supposant une valeur inférieure à 2° [1]. La fraction des grains dynamiquement recrystallisés est indiquée sur la partie supérieure de la cartographie GOS (Figure III.A.1c).

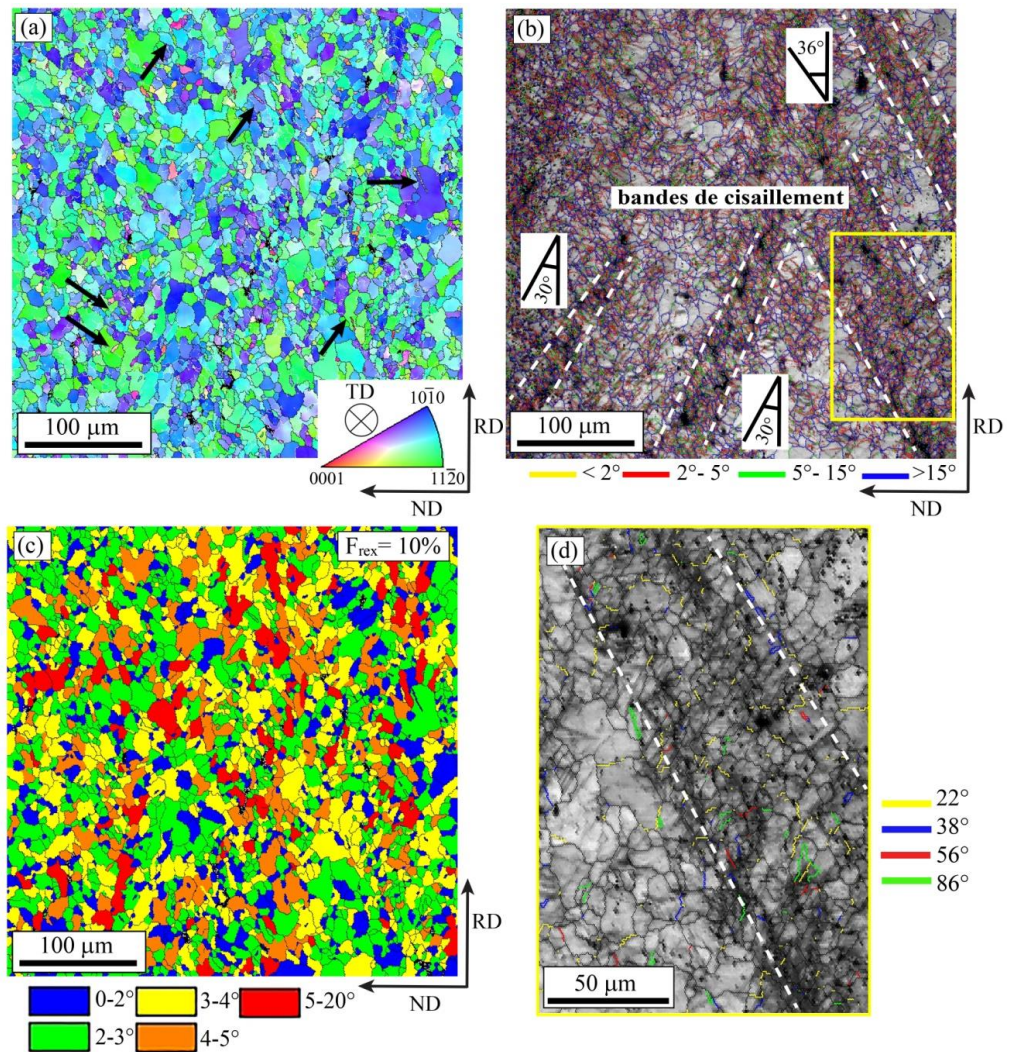


Figure III.A.1 : Cartographies (a) TD-IPF, (b) IQ et (c) GOS montrant la microstructure de l'alliage AZ31 déformé et (d) cartographie IQ montrant les types de macles existant dans le cadre jaune indiqué dans la Figure III.A.1b.

La cartographie TD-IPF montre que la microstructure est formée de grains équiaxes avec une valeur moyenne de $9.2 \pm 1.2 \mu\text{m}$ dans lesquels plusieurs macles sont présentes comme indiqué par les flèches. Cependant, la cartographie IQ démontre l'hétérogénéité de la microstructure déformée par la formation de bandes de cisaillement inclinées d'environ $30\text{-}36^\circ$ par rapport à la direction du laminage RD. Dans les alliages à base de Mg, les bandes de cisaillement sont formées à cause de l'activation des macles [2] ou la recristallisation dynamique le long des joints de grains [3]. La cartographie GOS montre que seulement 10 % des grains sont recristallisés dynamiquement au cours du laminage à chaud et qu'il n'y a pas de preuve de la formation de grains recristallisés le long des joints de grains. Alors que les macles d'extension ($86^\circ \langle 11\text{-}20 \rangle$ en vert), de contraction ($56^\circ \langle 11\text{-}20 \rangle$ en rouge), doubles ($38^\circ \langle 11\text{-}20 \rangle$ en bleu) et $22^\circ \langle 11\text{-}20 \rangle$ (en jaune), existent à l'intérieur des bandes de cisaillement comme le montre le zoom dans la Figure III.A.1d (le cadre jaune dans la Figure III.A.1b). Il est remarquable qu'à l'intérieur des bandes de cisaillement (Figure III.A.1b) existe une quantité considérable de sous-joints et de joints à faible désorientation (Figure III.A.1b), indiquant la formation de sous-grains qui se transformeront en nouveaux grains recristallisés lors d'un recuit ultérieur.

III.A.2. Cinétique de recristallisation statique

La Figure III.A.2 montre les évolutions de la micro dureté en fonction du temps de recuit de l'alliage AZ31 recuit à 150, 250 et 350 °C. La valeur de micro dureté de l'échantillon déformé est de $73.0 \pm 1.2 \text{ Hv}$. La micro dureté diminue avec l'augmentation du temps de recuit et peut être divisée en trois stages : stage I observé uniquement dans les échantillons recuits à 150 et 250 °C où la micro dureté ne change pas avec le temps de recuit (72.5 ± 1.5 et $70.9 \pm 1.1 \text{ Hv}$ après 5 min de recuit respectivement à 150 et 250 °C) indiquant un processus de restauration. Stage II où la micro dureté diminue continuellement avec l'augmentation du temps de recuit en raison du processus de recristallisation. Au stage III, la micro dureté diminue légèrement avec l'augmentation du temps de recuit, indiquant l'achèvement du processus de recristallisation. La micro dureté atteint respectivement des valeurs de 63.9 ± 1.4 , 62.9 ± 1.3 et $58.8 \pm 1.9 \text{ Hv}$ après 24 h de recuit à 150, 250 et 350 °C.

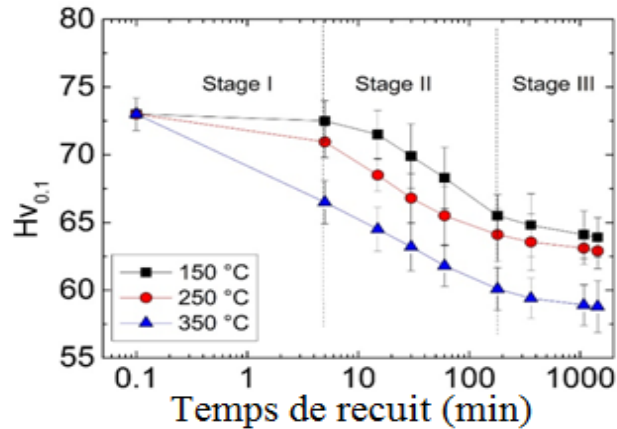


Figure III.A.2 : Evolution de la micro dureté de l’alliage AZ31 recuit à 150, 250 et 350 °C en fonction du temps de recuit.

Les cartographies GOS présentées dans la Figure III.A.3 montrent que la fraction de recristallisation après 24 h de recuit à 150, 250 et 350 °C est respectivement 48, 67 et 93%. Sur ce, la valeur H_{vf} a été prise celle de l’échantillon recuit à 350 °C pendant 24h. En plus, l’état déformé présent 10% de recristallisation dynamique.

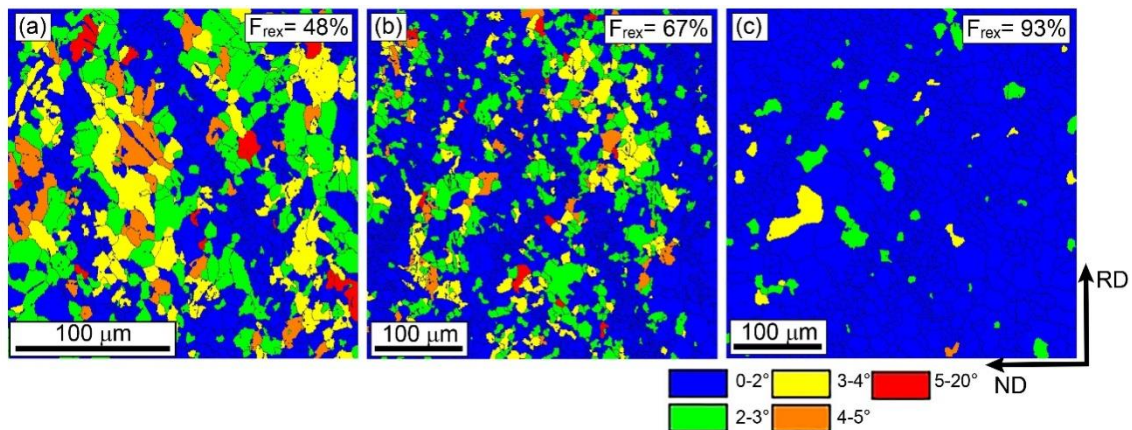


Figure III.A.3 : Cartographies GOS de l’alliage AZ31 recuit pendant 24 h à : (a) 150, (b) 250 et (c) 350 °C.

La Figure III.A.4a montre l’évolution de $\ln(\ln(1/(1-X)))$ en fonction de $\ln(t)$ pour l’alliage AZ31 recuit respectivement à 150, 250 et 350 °C. Comme on peut le remarquer, les données expérimentales se situent dans deux lignes droites pour chaque température indiquant la production de deux régimes avec leurs propres valeurs de n et k . Les deux régimes coïncident avec les stages II et III observés dans l’évolution de la micro dureté

en fonction du temps de recuit (Figure III.A.2). Le Tableau III.A.1 résume les valeurs de n et $\ln(k)$ pour les deux régimes dans les différents échantillons. De plus, l'énergie d'activation des régimes I et II ont été calculées en traçant $\ln(k)$ en fonction de $1000/RT$ comme présenté dans la Figure III.A.4b et leurs valeurs sont également notées dans le Tableau III.A.1.

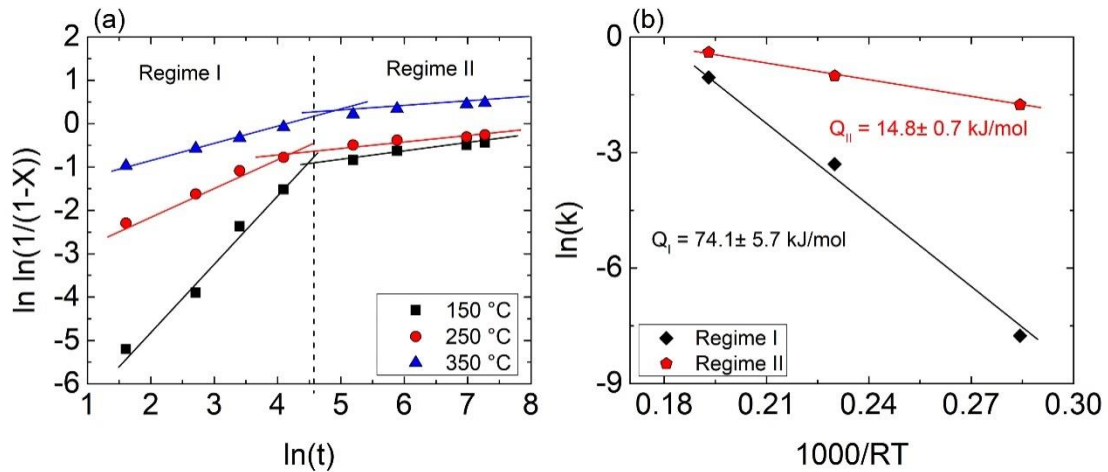


Figure III.A.4 : Evolution de : (a) $\ln \left(\ln \left(\frac{1}{1-X} \right) \right)$ en fonction de $\ln(t)$ et (b) $\ln(k)$ en fonction de $1000/RT$ pour l'alliage AZ31 recuit respectivement à 150, 250 et 350 °C.

Tableau III.A.1. Exposant d'Avrami n , $\ln(k)$ et valeurs d'énergie d'activation Q , dans les deux régimes trouvés pour l'alliage AZ31 recuit respectivement à 150, 250 et 350 °C.

	Regime I			Regime II		
	n	$\ln(k)$	Q_I (kJ/mol)	n	$\ln(k)$	Q_{II} (kJ/mol)
150 °C	1.52 ± 0.13	-7.76 ± 0.41		0.18 ± 0.02	-1.76 ± 0.17	
250 °C	0.62 ± 0.03	-2.30 ± 0.11	74.1 ± 5.7	0.10 ± 0.01	-1.01 ± 0.08	14.8 ± 0.7
350 °C	0.35 ± 0.02	-1.05 ± 0.01		0.12 ± 0.01	-0.40 ± 0.08	

L'exposant d'Avrami du régime I diminue avec l'augmentation de la température de recuit, passant de $n_I = 1.52$ pour 150 °C, $n_I = 0.62$ pour 250 °C et $n_I = 0.35$ pour 350 °C indiquant une forte dépendance des mécanismes de recristallisation à la température de recuit. Alors que pour le régime II, l'exposant d'Avrami dans les trois conditions de recuit est très similaires autour de 0.1-0.2 et relativement inférieures à celles du régime I.

D'après le Tableau I.C.1, on peut supposer que la géométrie de croissance des grains recristallisés est unidimensionnelle.

La présence de deux régimes dans les trois conditions de température de recuit démontre que la cinétique de la recristallisation statique est fortement liée à la microstructure de déformation. L'ajustement du modèle JMAK en deux régimes avec deux exposants d'Avrami est rarement rapporté pour les alliages Mg-Al.[4, 5] mais il a été utilisé pour différents métaux déformés tels que le cuivre à haute conductivité sans oxygène (OFHC) [6], acier à faible teneur en carbone [7] et du fer [8]. Ce comportement à deux régimes s'explique par l'hétérogénéité de la germination des grains recristallisés [7]. Apparemment, pendant le premier régime, la région à forte énergie stockée sera rapidement consommée par les noyaux de recristallisation. Par la suite, la région restée déformée avec une énergie stockée plus faible sera progressivement recristallisée, ce qui correspond au deuxième régime [7].

L'approche Kernel average misorientation (KAM) permet de quantifier la densité de dislocation (c'est-à-dire l'énergie stockée) générée par des dislocations géométriquement nécessaires en quantifiant la désorientation moyenne entre un point donné et ses voisins les plus proches qui appartiennent au même grain [9, 10]. La Figure III.A.5 présente les cartographies KAM de l'alliage AZ31 recuit à 250 °C pendant respectivement 5 min, 30 min et 24 h. Dans le cas présent, le paramètre KAM a été calculé à partir de l'angle de désorientation moyen entre le point et ses troisièmes voisins en excluant les désorientations supérieures à 5°. Comme le montre la Figure III.A.5, les grains formés dans les bandes de cisaillement ont la plus faible énergie stockée, c'est-à-dire une densité de dislocation inférieure (couleur bleue), par rapport aux autres régions, ce qui signifie que la recristallisation a eu lieu d'abord dans les bandes de cisaillement, puis avec l'augmentation progressive du temps de recuit dans le reste de la microstructure.

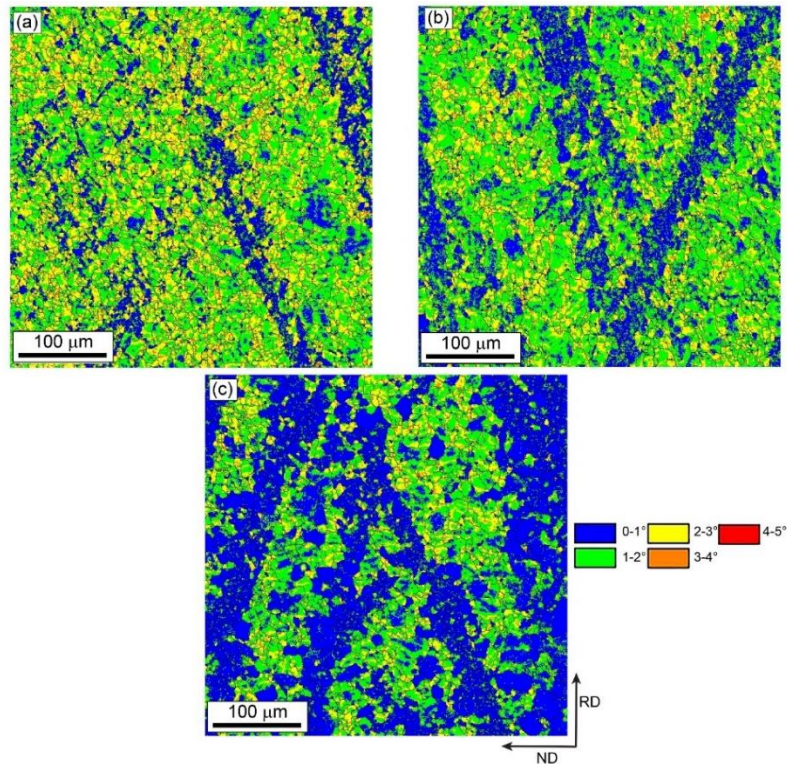


Figure III.A.5 : Cartographies KAM de l'alliage AZ31 recuit à 250 °C pendant : (a) 5 min, (b) 30 min et (c) 24 h.

En général, les valeurs n obtenues dans la présente étude sont inférieures aux valeurs théoriques (Tableau I.C.1), sauf pour l'échantillon recuit à basse température (150 °C). De nombreuses études expérimentales sur différents métaux ont rapporté la déviation de l'exposant d'Avrami par rapport aux valeurs théoriques. Par exemple, l'exposant d'Avrami a été trouvé dans la gamme de 0.27-3.4 pour l'alliage AZ31 dans différentes conditions de déformation et de recuit. [11, 12, 13, 4, 14-15, 16]. De plus, une gamme inférieure de n (0.6-0.9) a également été signalée dans les alliages Mg-RE déformés et recuits [16, 17].

Deux raisons principales ont été proposées pour expliquer les faibles valeurs de n [18]. La première raison est la présence de sites de recristallisation non aléatoires dans l'alliage déformé. La deuxième raison est le taux de croissance des noyaux qui n'est pas constant pendant le processus de recristallisation [18]. Comme on peut le constater, la microstructure déformée présentée sur la Figure III.A.1 montre clairement la présence de grandes zones de bandes de cisaillement et de nombreuses macles. Il est bien connu que ces caractéristiques de déformation sont des sites parfaits pour la formation de nouveaux grains recristallisés qui conduiront à une distribution non aléatoire des noyaux et à des

taux de croissance différents pour les différents grains individuels. En outre, la Figure III.A.6 montre clairement que la microstructure est hétérogène même après un recuit de 24 h à différentes températures de recuit. Les microstructures de tous les échantillons présentent une distribution bimodale de la taille des grains où les petits grains sont principalement situés dans les bandes de cisaillement, comme l'indique les zones délimitées sur la Figure III.A.6. On peut observer que les microstructures des échantillons recuits pendant 5 min à 150 °C et 250 °C contiennent des macles (voir flèches). La recristallisation des échantillons recuits pendant 5 min à 150 °C est retardée par rapport aux échantillons recuits à 250 et 350 °C dans le même temps. La formation de grains recristallisés est plus visible dans les échantillons recuits à 250 et 350 °C pendant 5 min. Ceci est attribué à la température relativement plus élevée qui entraîne un taux de germination et de croissance plus important et une cinétique accélérée ce qui explique la diminution de l'exposant d'Avrami n_1 avec l'augmentation de la température de recuit. Apparemment, la dépendance de la cinétique de recristallisation à la température de recuit n'est observée que pendant le premier régime puisque l'exposant d'Avrami du second régime n_2 a été trouvé similaire dans les trois conditions de recuit. Ceci indique que l'intégralité du processus de recristallisation s'est produite pendant le premier régime.

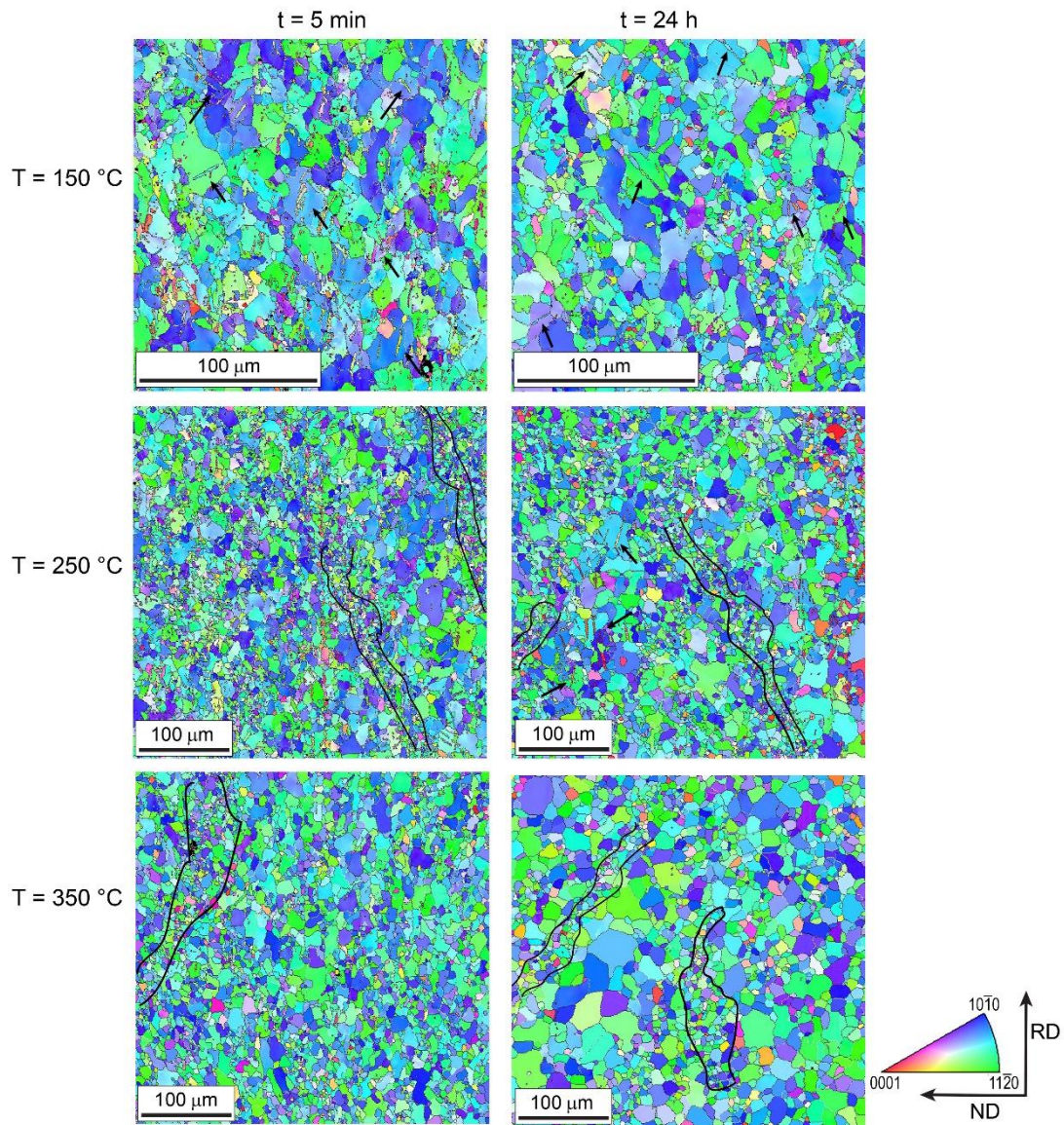


Figure III.A.6 : Cartographies TD-IPF montrant l'évolution de la microstructure de l'alliage AZ31 recuit respectivement à 150, 250 et 350 °C pendant 5 min et 24 h. Une distribution bimodale de la taille des grains est mise en évidence. Les flèches indiquent la présence de macles.

L'énergie d'activation du régime I est égale à 74.1 ± 5.7 kJ/mol, ce qui est inférieur à l'énergie d'auto-diffusion aux joints de grains (92 kJ/mol) et à l'énergie d'auto-diffusion dans le volume (135 kJ/mol) [19]. Une faible énergie d'activation de 65–88 kJ/mol a également été signalée dans l'alliage AZ31 sous différentes conditions de déformation et recuit [13, 14]. La réduction de l'énergie d'activation constatée dans l'alliage AZ31 est principalement attribuée à l'accélération de la recristallisation statique due à la présence d'hétérogénéités telles que des bandes de cisaillement. L'énergie d'activation du régime

II est très faible $\sim 14.8 \pm 0.7$ kJ/mol par rapport au régime I. On peut supposer qu'à ce stade, l'achèvement du processus de recristallisation ne nécessite plus une forte énergie d'activation. Ceci peut être confirmé par la lente diminution de la valeur de micro dureté (stade III) montrée dans la Figure III.A.2, indiquant que la fraction recristallisée est restée presque la même.

Une équation JMAK modifiée qui fait intervenir deux exposants d'Avrami a été proposée comme suit [20]:

$$X = A\{1 - \exp(-k_1 t^{n_1})\} + (1 - A)\{1 - \exp(-k_2 t^{n_2})\} \quad (1)$$

Où A est la fraction de recristallisation dans le premier régime.

Les résultats de la fraction recristallisée ajustée avec l'équation JMAK modifiée sont présentés dans la Figure III.A.7 et les paramètres d'ajustement sont indiqués dans le Tableau I.C.1.

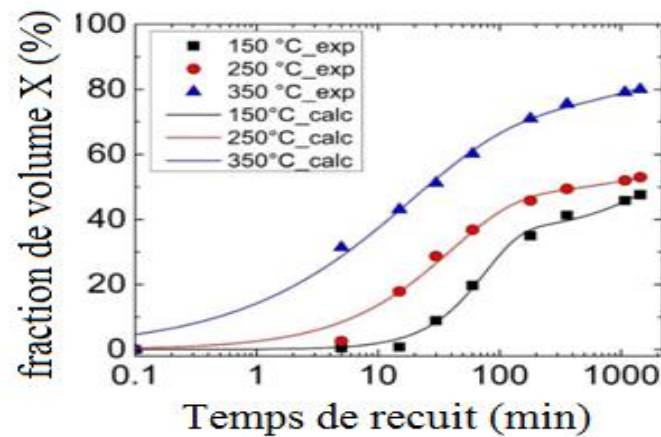


Figure III.A.7 : Ajustement de la fraction recristallisée X avec l'équation JMAK modifiée.

Tableau III.A.2. Paramètres d'ajustement de la fraction recristallisée X avec l'équation JMAK modifiée.

	Regime I			Regime II	
	A	n_1	$\ln(k_1)$	n_2	$\ln(k_2)$
150°C	0.35	1.5	-6.50	0.7	-7.09
250°C	0.40	0.8	-5.25	0.4	-5.38
350°C	0.35	0.4	-3.47	0.5	-1.51

Les courbes ajustées à l'aide de l'équation des deux exposants d'Avrami sont en bon accord avec les courbes expérimentales, en particulier pour le premier régime. Il semble que le second régime ait commencé lorsque 35-40 % (correspondant aux valeurs A) de la microstructure est recristallisée.

III.A.3 Cinétique de croissance des grains

La Figure III.A.8 montre l'évolution de la taille moyenne des grains en fonction du temps de recuit de l'alliage AZ31 recuit respectivement à 150, 250 et 350 °C. Comme attendu, la taille des grains augmente avec l'augmentation de la température et du temps de recuit. La taille de grain de l'échantillon tel que déformé ($9.2 \pm 1.2 \mu\text{m}$) augmente respectivement à environ 15.1 ± 1.3 , 18.2 ± 1.2 , et $21.2 \pm 1.0 \mu\text{m}$ après 24h de recuit à 150, 250 et 350 °C. Il est évident que pour toutes les conditions de température de recuit, la taille des grains augmente rapidement jusqu'à 180 min, puis le taux de croissance des grains devient lent au cours du reste du temps.

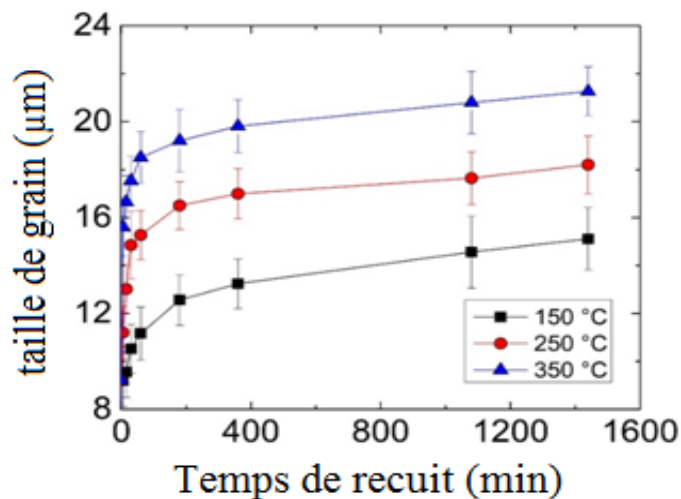


Figure III.A.8 : Evolution de la taille moyenne des grains en fonction du temps de recuit de l'alliage AZ31 recuit respectivement à 150, 250 et 350 °C.

La Figure III.A.9a présente le tracé de $\ln(dD/dt)$ contre $\ln(D)$ pour l'alliage AZ31 recuit à différentes températures de recuit. L'exposant de croissance des grains m a été trouvé égale respectivement à 7.9, 9.5, et 10.3 à 150, 250, et 350 °C. Comme on peut le remarquer, les valeurs de m trouvées sont très éloignées de la valeur idéale ($m = 2$). Comme pour l'exposant d'Avrami, l'exposant de croissance du grain m est rarement trouvé dans ses valeurs idéales dans le cas de conditions expérimentales réelles. La valeur de m

a été trouvée dans la gamme de 2-15 dans les alliages à base de Mg sous diverses conditions de déformation et de recristallisation (voir Tableau I.C.2).

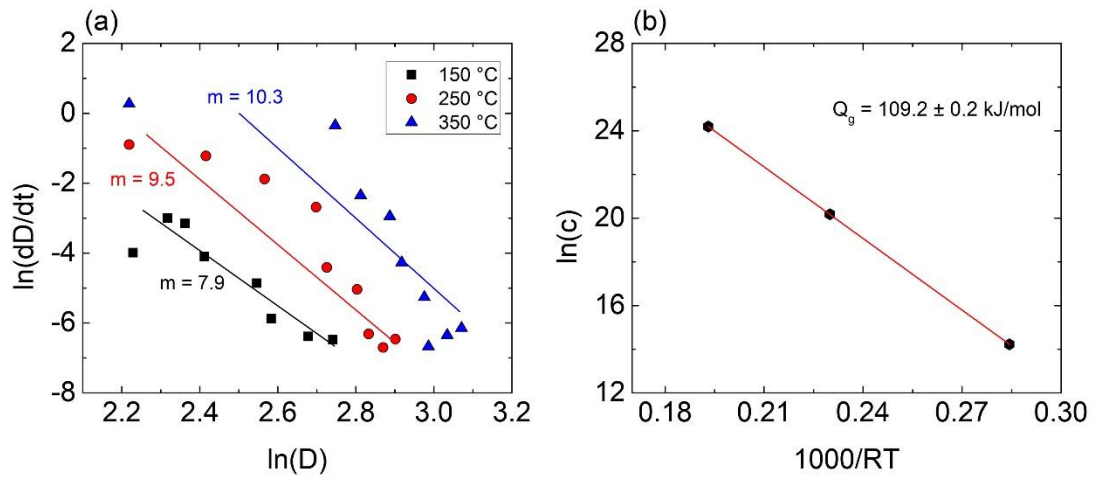


Figure III.A.9 : Tracé de : (a) $\ln(dD/dt)$ en fonction de $\ln D$ et (b) $\ln(c)$ en fonction de $1000/RT$ de l'alliage AZ31 recuit respectivement à 150, 250 et 350 °C.

L'énergie d'activation peut être évaluée en traçant $\ln(c)$ en fonction de $1000/RT$ comme le montre la Figure III.A.9b. L'énergie d'activation est égale à 109.2 ± 0.2 kJ/mol. Elle est légèrement supérieure (+ 15 %) à celle trouvée pour l'auto-diffusion aux joints de grains (92 kJ/mol) et inférieure (-24 %) à celle rapportée pour la diffusion en volume (135 kJ/mol). On peut considérer que l'énergie d'activation du présent alliage est intermédiaire entre la valeur de la diffusion aux joints de grains et la diffusion en volume.

Les valeurs élevées de m et Q_g indiquent une bonne stabilité thermique de l'alliage AZ31 après laminage à chaud et recuit. Pour comparaison, le Tableau I.C.2 présente l'énergie d'activation de la croissance des grains rapportée dans la littérature de certains alliages AZ31 et d'autres alliages à base de Mg sous différentes conditions de déformation. Les études rapportées ont trouvé une gamme proche de l'énergie d'activation de la croissance des grains, sauf pour les alliages AZ31 et Mg-1,43Nd (% en poids) sévèrement déformés respectivement par une compression angulaire à canal égal et une torsion à haute pression. [21, 22]. Cependant, il faut noter que les valeurs de m utilisées dans ces recherches ont été fixées a priori ($m = 2$) et non calculées expérimentalement.

Dans le cas présent, la valeur m a augmenté avec l'augmentation de la température de recuit. On pense qu'à basse température de recuit, l'annihilation des dislocations contrôle le processus de recristallisation, alors qu'à haute température de recuit, la croissance des grains est le mécanisme dominant [23].

Il faut souligner que les exposants de croissance des grains mesurés diffèrent de la valeur théorique de $m = 2$. Cette divergence est attribuée à deux caractéristiques principales : 1) la mobilité des joints de grains et 2) l'existence d'une valeur de taille de grain critique à laquelle la croissance des grains s'arrête [18]. Ces deux caractéristiques sont principalement liées à de nombreux facteurs tels que l'élément de soluté, la texture cristallographique, la sous-structure des dislocations et les hétérogénéités de la microstructure. [18, 24].

Parmi ceux-ci, on pense que la traînée des solutés, la texture et l'hétérogénéité microstructurale sont les principaux facteurs responsables de l'énergie d'activation du présent alliage. L'énergie d'activation pour la croissance des grains s'est avérée plus élevée que pour auto-diffusion au joints de grains (95 kJ/mol) [25]. Dans le cas présent, la ségrégation d'atomes de soluté et d'impuretés (Tableau I.C.2) dans les joints de grains pourrait entraîner une diminution de la vitesse de migration des joints de grains et donc un retard dans la croissance des grains. L'effet de l'augmentation de la concentration de l'élément soluté sur le ralentissement de la cinétique de croissance des grains a été clairement démontré dans les alliages Mg-xSc ($x = 0,2, 0,3, 0,45$ (% en poids)) [26] et Mg-5Al-xTi ($x = 0, 10,3$ (% en pds)). [26] et Mg-5Al-xTi ($x = 0, 10,3$ (% en poids)) [27] (voir Tableau I.C.2).

En outre, l'évolution de la texture illustrée à la Figure III.A.10 montre que l'AZ31 laminé à chaud présente une texture typique basale où les plans $\{0002\}$ des grains sont parallèles au plan de laminage ($\varphi_1 = 0-360^\circ$, $\phi = 0^\circ$, $\varphi_2 = 0-60^\circ$) [28].

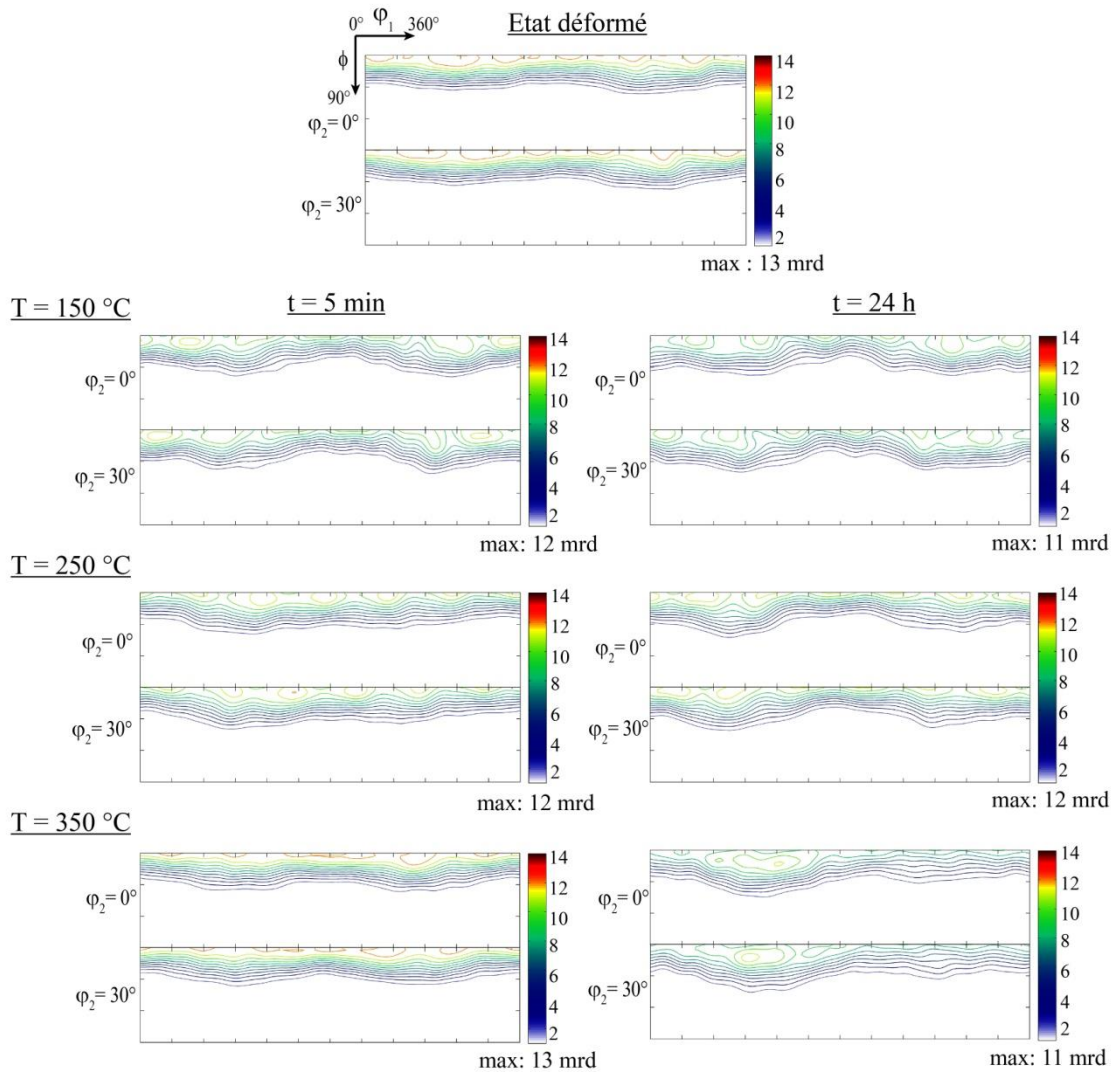


Figure III.A.10: Sections ODF à $\varphi_2 = 0$ et 30° de AZ31 après laminage à chaud et recuit pendant 5 min et 24 h respectivement à 150, 250 et 350 °C.

Il a été signalé précédemment que l'alliage AZ31 tel que reçu (avant le laminage à chaud) présente déjà une forte texture basale [29]. Par conséquent, la texture initiale est conservée après le laminage à chaud puis après les différentes conditions de recuit comme le montre la Figure III.A.10. Cependant, elle semble accompagnée d'un affaiblissement de la texture comme le montre l'évolution de l'indice de texture illustrée à la Figure III.A.11. L'indice de texture a été calculé à l'aide du logiciel MTEX selon l'équation suivante [30]:

$$I = \frac{1}{8\pi^2} \int_G f^2(g) \cdot dg \quad (2)$$

Où I est l'indice de texture, $f(g)$ est l'intensité ODF à l'orientation g et G est l'espace d'Euler.

L'affaiblissement de la texture de recuit peut être attribué à la faible fraction de la recristallisation dynamique au cours du laminage à chaud (seulement 10 %) et à la recristallisation au niveau des bandes de cisaillement qui a conduit à la formation d'une variété d'orientations comme cela a été rapporté dans plusieurs alliages à base de Mg [31-32].

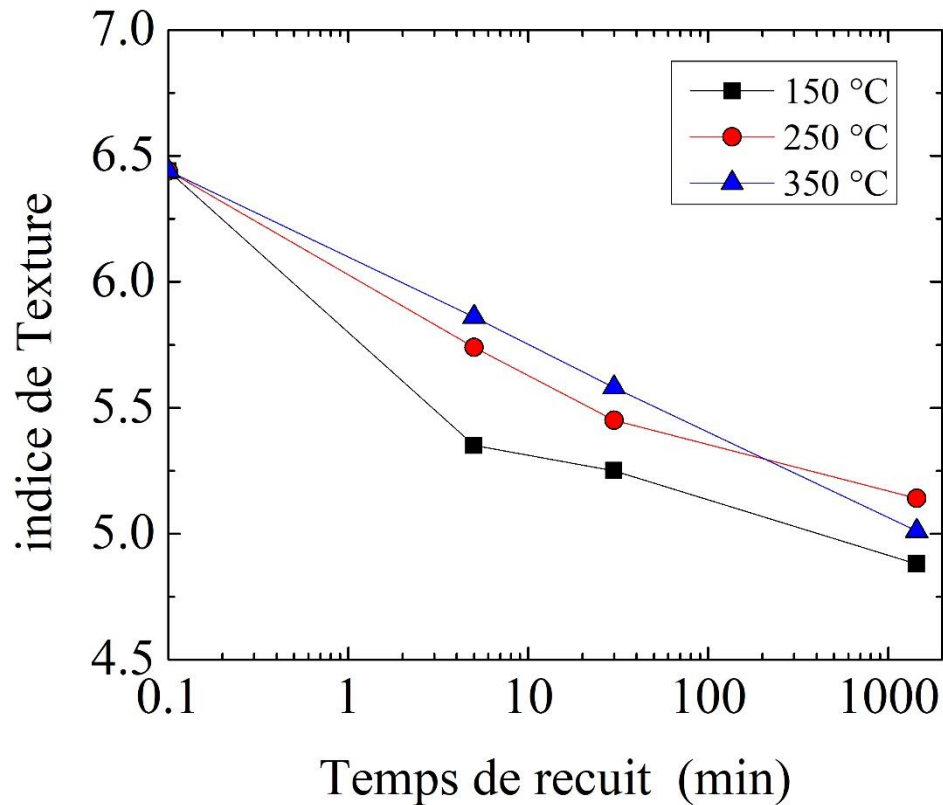


Figure III.A.11: Evolution de l'indice de texture en fonction du temps de recuit de l'alliage AZ31 recuit respectivement à 150, 250 et 350 °C.

Le développement de la texture contrôle la distribution, l'énergie et la mobilité des joints de grains, et par conséquent le taux de croissance des grains. La Figure III.A.12 montre la distribution de la désorientation du joint de grain des échantillons AZ31 laminés à chaud et recuits. La distribution de la désorientation des joints de grains pour les matériaux à structure hexagonales compactes orientés de façon aléatoire est superposée pour comparaison. [33].

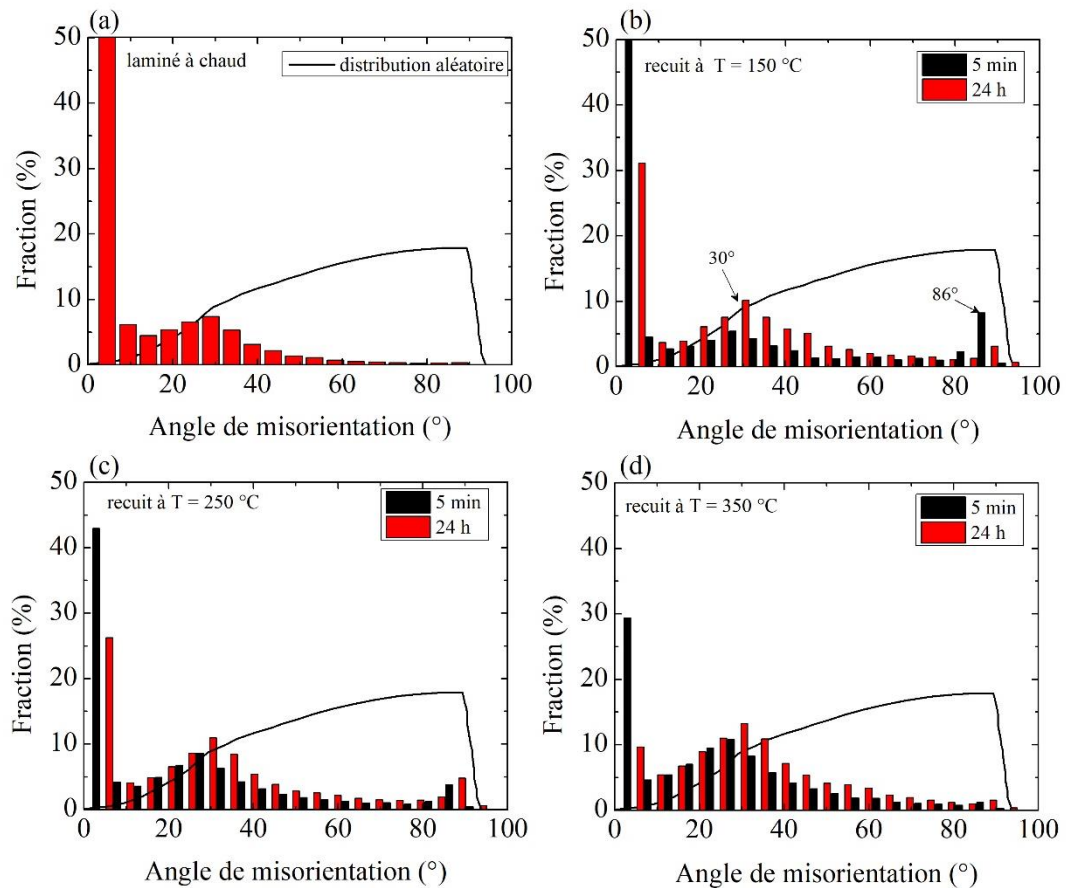


Figure III.A.12: Distribution de la désorientation des joints de grains des échantillons AZ31 : (a) laminés à chaud et recuits pendant 5 min et 24 h à (b) 150, (c) 250 et (d) 350 °C.

Comme preuve, ni l'échantillon laminé à chaud ni les échantillons recuits ne présentent une distribution aléatoire. L'échantillon laminé à chaud présente une fraction élevée (~ 53%) de sous-joints de grains (désorientation inférieure à 5°) résultant de la génération de dislocations due au processus de déformation. Le recuit à différentes températures provoque la diminution de ces sous-joints en raison de la formation de nouveaux grains et un déplacement vers des joints de grains à forte désorientation (HAGB), comme on peut le voir sur les graphiques. Cependant, une fraction assez importante de sous-joints est toujours présente même après un recuit de 24 heures (30 % à 150 °C, 26 % à 250 °C et 9 % à 350 °C). La mobilité des sous-joints est contrôlée par la diffusion globale, tandis que la diffusion des joints de grains dans les métaux purs est responsable de la mobilité des joints à angle élevé [34]. Cela peut expliquer l'énergie d'activation intermédiaire trouvée dans la présente étude.

Un pic autour de 30° peut être clairement distingué dans les échantillons recuits, correspondant à des joints de grains de $30^\circ \langle 0001 \rangle$ résultant du développement de la texture basale [61]. Un autre pic notable autour de 86° peut être vu dans les échantillons recuits, en particulier après 5 min de recuit à 150 et 250 °C. Ce pic indique la présence de macles d'extension où l'axe c des grains est réorienté de 86.8° . La présence de macles dans les échantillons recuits signifie que la microstructure est encore hétérogène. Pour identifier les différents types de macles et leur évolution en fonction du temps de recuit, la Figure III.A.13 présente les cartographies IQ montrant les différentes macles : macles d'extension ($86^\circ \langle 11\bar{2}0 \rangle$ en vert), macles de contraction ($56^\circ \langle 11\bar{2}0 \rangle$ en rouge) et des macles doubles ($38^\circ \langle 11\bar{2}0 \rangle$ in blue) et $22^\circ \langle 11\bar{2}0 \rangle$ (en jaune) de l'échantillon recuit à 250 °C pendant respectivement 5 min, 30 min et 24 h. La fraction des différentes macles de l'échantillon laminé à chaud et recuit est également présentée dans la Figure III.A.13d. Comme on peut le remarquer, la quantité de macles de contraction $56^\circ \langle 11\bar{2}0 \rangle$ et double $38^\circ \langle 11\bar{2}0 \rangle$ diminuent considérablement avec l'augmentation du temps de recuit tandis que la fraction des macles double $22^\circ \langle 11\bar{2}0 \rangle$ reste stable tout au long du traitement de recuit. Cela peut être dû à la faible mobilité de leurs joints. Il a été récemment démontré que les éléments solutés d'Al et de Zn peuvent se ségréger dans les joints des macles pendant le recuit, ce qui entraîne un effet d'épinglage et empêche donc toute croissance des macles [35, 36]. En revanche, la fraction de macles d'extension $86^\circ \langle 11\bar{2}0 \rangle$ augmente continuellement avec l'augmentation du temps de recuit.

Une découverte intéressante (Figure III.A.13e) est montrée dans la zone zoomée de la cadre jaune dans la cartographie IQ de l'échantillon recuit pendant 30 min (Figure III.A.13b). À l'intérieur du grain, on peut remarquer une trace de macle (voir les flèches noires) dans laquelle la macle spécifique semble disparaître ou devenir plus étroit pendant le recuit. Ce comportement est analogue à celui du processus de dé-macle observé lors du chargement ou déchargement inverse de l'alliage AZ31 maclé [36, 37]. La cartographie KAM de cette zone montre une énergie stockée élevée (forte densité de dislocation) le long de la trace des macles (indiquée par des flèches). Cette observation démontre que les macles sont une source d'hétérogénéité dans la microstructure pendant le traitement de recuit.

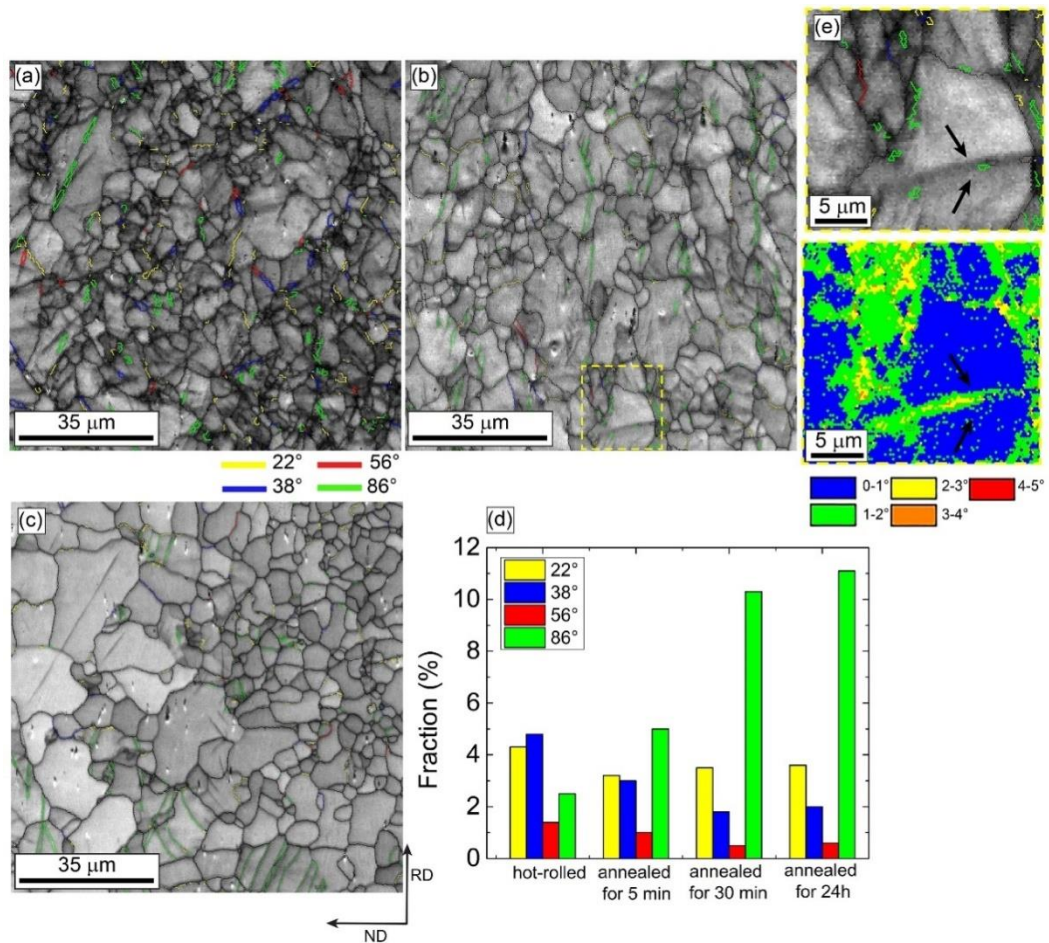


Figure III.A.13 : Cartographie IQ mises en évidence avec différents types de macles de l'alliage AZ31 recuit à 250 °C pour : (a) 5 min, (b) 30 min, (c) 24 h, (d) évolution de la fraction des différents types de macles, et (e) cartographies IQ et KAM du zoom du cadre jaune indiqué dans la Figure III.A.13b.

III.A.4. Relation Hall-Petch

La micro dureté (Figure III.A. 2) et les valeurs de la taille moyenne des grains (Figure III.A.8) ont été utilisées pour évaluer la cinétique de recristallisation statique et de croissance des grains. Enfin, il est intéressant de vérifier la validité de la relation Hall-Petch pour les échantillons AZ31 laminés à chaud et recuits. En pratique, la relation Hall-Petch peut être commodément réarrangée en termes de micro dureté Vickers en posant la contrainte d'écoulement σ égale à $H_v/3$ et cela permet une vérification indirecte et très simple de la relation Hall-Petch [38].

Cependant, les valeurs de la micro dureté ont été tracées en fonction des valeurs de la taille moyenne des grains dans la Figure III.A.14 en suivant l'équation suivante [38]:

$$H_v = H_{v0} + \frac{K_H}{\sqrt{D}} \quad (3)$$

Où H_{v0} est la micro dureté par friction qui caractérise la résistance du réseau cristallin au mouvement des dislocations et K_H un paramètre qui reflète le rôle des joints de grains dans le durcissement. Ces deux paramètres peuvent être estimés à partir d'un ajustement linéaire de l'équation (3). La Figure III.A.14 montre que la relation Hall-Petch se maintient plus ou moins pour les différentes conditions de recuit avec les paramètres d'ajustement suivants : $H_{v0} = 35.4 \pm 2.0$ et $K_H = 113.2 \pm 7.5 \text{ H}_v \mu\text{m}^{-1/2}$.

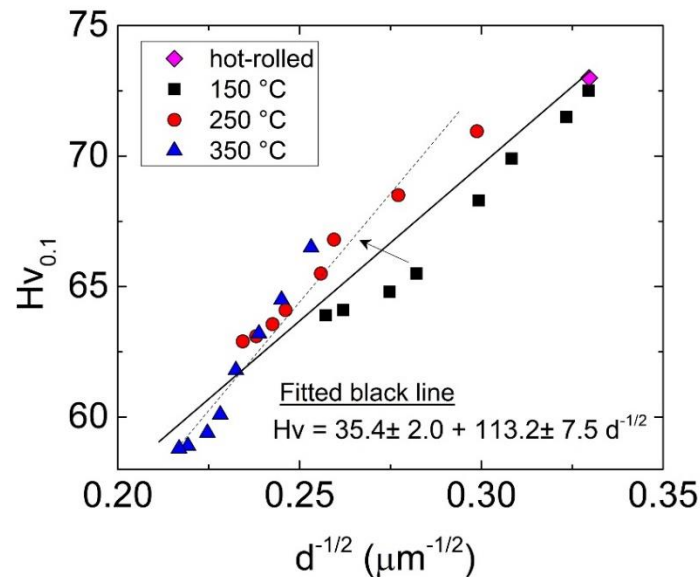


Figure III.A.14 : Evolution de la micro dureté en fonction de la taille moyenne des grains représentant la relation Hall-Petch pour les échantillons AZ31 laminés à chaud et recuits.

La valeur K_H est proche de celle rapportée pour d'autres alliages AZ31 déformés par laminage ($\sim 66.6-145 \text{ H}_v \mu\text{m}^{-1/2}$) [39-40]. En général, la Figure III.A.14 montre que la relation Hall-Petch est valable pour une large gamme de tailles de grain, cependant, il semble que les valeurs au recuit à 150 °C (indiquées par une flèche) s'écartent légèrement par rapport à celles au recuit à 250 et 350 °C (ligne en tirets). On peut supposer que la taille des grains et la densité des dislocations contribuent toutes deux au durcissement pendant le recuit à basse température (150 °C). Alors que seule la taille de grain affecte le durcissement à des températures de recuit élevées (250 et 350 °C).

Ce résultat démontre clairement le fort effet du processus de croissance des grains sur les propriétés mécaniques et l'importance de comprendre les mécanismes de croissance des grains pour contrôler les propriétés mécaniques des alliages.

Références

- [1] Cho, J. H., Rollett, A. D., & Oh, K. H. (2005). Determination of a mean orientation in electron backscatter diffraction measurements. *Metallurgical and Materials Transactions*, 36(12), 3427.
- [2] Atik, K., & Efe, M. (2018). Twinning-induced shear banding and its control in rolling of magnesium. *Materials Science and Engineering: A*, 725, 267-273.
- [3] Wang, Y., Xin, Y., Yu, H., Lv, L., & Liu, Q. (2015). Formation and microstructure of shear bands during hot rolling of a Mg–6Zn–0.5 Zr alloy plate with a basal texture. *Journal of Alloys and Compounds*, 644, 147-154.
- [4] Su, J., Sanjari, M., Kabir, A. S. H., Jonas, J. J., & Yue, S. (2016). Static recrystallization behavior of magnesium AZ31 alloy subjected to high speed rolling. *Materials Science and Engineering: A*, 662, 412-425.
- [5] Murphy, A. D., & Allison, J. E. (2018). The recrystallization behavior of unalloyed Mg and a Mg-Al alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 49, 1492-1508.
- [6] Kalu, P. N., & Waryoba, D. R. (2007). A JMAK-microhardness model for quantifying the kinetics of restoration mechanisms in inhomogeneous microstructure. *Materials Science and Engineering: A*, 464(1-2), 68-75.
- [7] Oyarzábal, M., Martínez-de-Guerenu, A., & Gutiérrez, I. (2008). Effect of stored energy and recovery on the overall recrystallization kinetics of a cold rolled low carbon steel. *Materials Science and Engineering: A*, 485(1-2), 200-209.
- [8] Rollett, A. D., Srolovitz, D. J., Doherty, R. D., & Anderson, M. P. (1989). Computer simulation of recrystallization in non-uniformly deformed metals. *Acta Metallurgica*, 37(2), 627-639.
- [9] Pantleon, W. (2008). Resolving the geometrically necessary dislocation content by conventional electron backscattering diffraction. *Scripta Materialia*, 58(11), 994-997.
- [10] Badji, R., Chauveau, T., & Bacroix, B. (2013). Texture, misorientation and mechanical anisotropy in a deformed dual phase stainless steel weld joint. *Materials Science and Engineering: A*, 575, 94-103.
- [11] Beer, A. G., & Barnett, M. R. (2008). Microstructure evolution in hot worked and annealed magnesium alloy AZ31. *Materials Science and Engineering: A*, 485(1-2), 318-324..
- [12] Su, C. W., Lu, L., & Lai, M. O. (2008). Recrystallization and grain growth of deformed magnesium alloy. *Philosophical Magazine*, 88(2), 181-200.

- [13] Chao, H. Y., Sun, H. F., Chen, W. Z., & Wang, E. D. (2011). Static recrystallization kinetics of a heavily cold drawn AZ31 magnesium alloy under annealing treatment. *Materials Characterization*, 62(3), 312-320.
- [14] Zhao, H., Li, P. J., & He, L. J. (2011). Kinetics of recrystallization for twin-roll casting AZ31 magnesium alloy during homogenization. *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*, 18, 570-575.
- [15] Park, J. W., Jeong, H. J., Jin, S. W., Kim, M. J., Lee, K., Kim, J. J., ... & Han, H. N. (2017). Effect of electric current on recrystallization kinetics in interstitial free steel and AZ31 magnesium alloy. *Materials Characterization*, 133, 70-76.
- [16] Bourezg, Y. I., Elfiad, D., Azzeddine, H., & Bradai, D. (2020). Investigation of recrystallization kinetics in hot-rolled Mg-La alloy using differential scanning calorimetry technique. *Thermochimica Acta*, 690, 178688.
- [17] Guerza-Soualah, F., Hanna, A., Azzeddine, H., Helbert, A. L., Brisset, F., Baudin, T., & Bradai, D. (2020). The deformation and recrystallization behaviour of an Mg-Dy alloy processed by plane strain compression. *Materials Today Communications*, 24, 101239.
- [18] Humphreys, F. J., & Hatherly, M. J. O. E. (2004). Recrystallization of single-phase alloys. *Recrystallization and related annealing phenomena*, 215-IV.
- [19] Atkins, A. G. (1984). *Deformation-mechanism maps (the plasticity and creep of metals and ceramics): by HJ Frost and MF Ashby*, Pergamon, Oxford 1982. ISBN 0-08-029338-7, ix+ 166 pages, illustrated, flexicover, US \$25.
- [20] Matsui, T., Ogawa, T., & Adachi, Y. (2019). Relationship between three-dimensional microstructure and Avrami exponent for recrystallization in pure iron. *Results in Materials*, 1, 100002.
- [21] Tighiouaret, S., Lachhab, R., Hanna, A., Azzeddine, H., Huang, Y., Baudin, T., ... & Langdon, T. G. (2019). Thermal Stability of an Mg–Nd Alloy Processed by High-Pressure Torsion. *Advanced Engineering Materials*, 21(12), 1900801.
- [22] Su, C. W., Lu, L., & Lai, M. O. (2007). Mechanical behaviour and texture of annealed AZ31 Mg alloy deformed by ECAP. *Materials science and technology*, 23(3), 290-296.
- [23] Stráská, J., Janeček, M., Čížek, J., Stráský, J., & Hadzima, B. (2014). Microstructure stability of ultra-fine grained magnesium alloy AZ31 processed by extrusion and equal-channel angular pressing (EX–ECAP). *Materials Characterization*, 94, 69-79.

- [24] Higgins, G. T. (1974). Grain-boundary migration and grain growth. *Metal Science*, 8(1), 143-150.
- [25] Panda, D., Sabat, R. K., Suwas, S., Hiwarkar, V. D., & Sahoo, S. K. (2019). Texture weakening in pure magnesium during grain growth. *Philosophical Magazine*, 99(11), 1362-1385.
- [26] Silva, C. J., Kula, A., Mishra, R. K., & Niewczas, M. (2016). Grain growth kinetics and annealed texture characteristics of Mg-Sc binary alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 687, 548-561.
- [27] Thein, M. A., Lu, L., & Lai, M. O. (2006). Kinetics of grain growth in nanocrystalline magnesium-based metal-metal composite synthesized by mechanical alloying. *Composites science and technology*, 66(3-4), 531-537.
- [28] Wang, Y. N., & Huang, J. C. (2003). Texture analysis in hexagonal materials. *Materials Chemistry and Physics*, 81(1), 11-26.
- [29] Tighiouaret, S., Hanna, A., Azzeddine, H., Rabahi, L., Dakhouche, A., Brisset, F., ... & Bradai, D. (2021). On the evolution of microstructure, texture and corrosion behavior of a hot-rolled and annealed AZ31 alloy. *Materials Chemistry and Physics*, 267, 124598.
- [30] H.J. Bunge, *Texture Analysis in Materials Science: Mathematical Methods*, 1st ed., Butterworth-Heinemann Ltd, 1982
- [31] Basu, I., Al-Samman, T., & Gottstein, G. (2013). Shear band-related recrystallization and grain growth in two rolled magnesium-rare earth alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 579, 50-56.
- [32] Bohlen, J., Nürnberg, M. R., Senn, J. W., Letzig, D., & Agnew, S. R. (2007). The texture and anisotropy of magnesium-zinc-rare earth alloy sheets. *Acta Materialia*, 55(6), 2101-2112. [33] Morawiec, A. (1995). Misorientation-angle distribution of randomly oriented symmetric objects. *Journal of applied crystallography*, 28(3), 289-293.
- [34] Humphreys, F. J., & Hatherly, M. (2004). Chapter 8-Recrystallization of Ordered Materials. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, 269-283.
- [35] Cui, Y., Li, Y., Wang, Z., Ding, X., Koizumi, Y., Bian, H., ... & Chiba, A. (2017). Impact of solute elements on detwinning in magnesium and its alloys. *International Journal of Plasticity*, 91, 134-159.
- [36] Xin, Y., Zhou, X., Chen, H., Nie, J. F., Zhang, H., Zhang, Y., & Liu, Q. (2014). Annealing hardening in detwinning deformation of Mg-3Al-1Zn alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 594, 287-291.

- [37] Keshavarz, Z., & Barnett, M. (2005). In-situ investigation of twinning behaviour in Mg-3Al-1Zn.
- [38] Furukawa, M., Horita, Z., Nemoto, M., Valiev, R. Z., & Langdon, T. G. (1998). Factors influencing the flow and hardness of materials with ultrafine grain sizes. *Philosophical magazine A*, 78(1), 203-216.
- [39] Jain, A., Duygulu, O., Brown, D. W., Tomé, C. N., & Agnew, S. R. (2008). Grain size effects on the tensile properties and deformation mechanisms of a magnesium alloy, AZ31B, sheet. *Materials Science and Engineering: A*, 486(1-2), 545-555.
- [40] Doiphode, R. L., Murty, S. N., Prabhu, N., & Kashyap, B. P. (2015). Grain growth in calibre rolled Mg–3Al–1Zn alloy and its effect on hardness. *Journal of Magnesium and Alloys*, 3(4), 322-329

**Partie B : Caractérisation
de la microstructure et
texture de l'alliage Mg-Ce
après ECAP**

III.B.1. Etat initial avant le traitement ECAP

La microstructure initiale de l'alliage Mg-0.3Ce montré dans la Figure III.B.1a présente une microstructure typique de brut de coulée avec de gros grains (~ 1 mm) contenant des phases secondaires distribuées en lignes droites, comme indiqué par les flèches sur la Figure III.B.1a. Malheureusement, l'identification de cette phase n'a pas été possible à cause de leur petite taille mais, sur la base du diagramme de phase du système Mg-Ce, elle peut être associée à la phase $Mg_{12}Ce$ [1]. D'autres particules (en blanc) ont également été observées (point 1) contenant environ 9.2 % en poids de Ce. Le point 2 présente la concentration de l'élément Ce dans la matrice Mg.

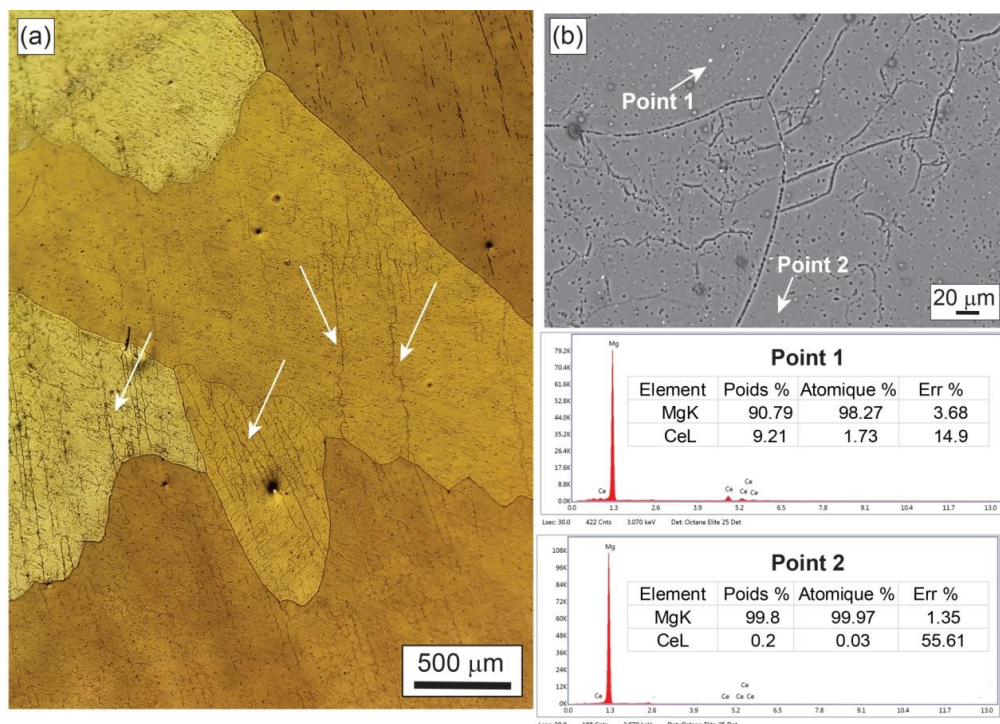


Figure III.B.1:(a) Micrographie optique et (b) micrographie SEM avec analyses EDS de l'état initial de l'alliage Mg-0.3Ce.

III.B.2. Evolution de la microstructure après déformation par ECAP

La Figure III.B.2 montre l'évolution de la microstructure obtenue par micrographie optique de l'alliage Mg-0.3Ce déformé par ECAP respectivement à 300 et 350 °C après 1, 2 et 4 passes. Une précipitation dynamique s'est produite au cours de la déformation par ECAP et elle est plus prononcée dans les échantillons déformés à 300 °C, tandis que de petits grains se sont développés dans les échantillons déformés à 350 °C résultant de la recristallisation dynamique.

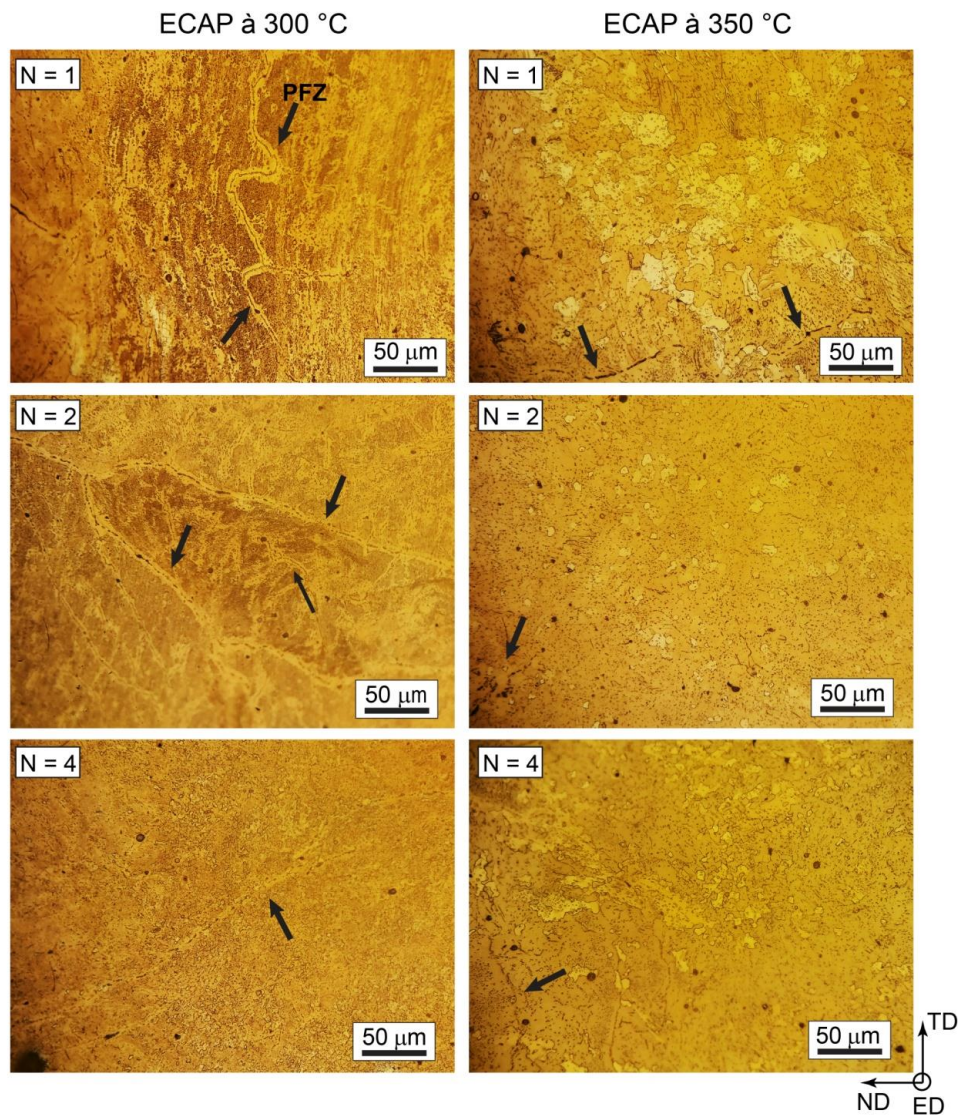


Figure III.B.2: Micrographies optiques de l'alliage Mg-0.3Ce déformé par ECAP respectivement à 300 et 350 °C jusqu'à 1, 2 et 4 passes, Les flèches indiquent les zones sans précipitation (Particule free zone, PFZ).

La comparaison microstructurale des deux conditions de déformation (à 300 et 350 °C) montre que la recristallisation dynamique est retardée ou inhibée par la précipitation dynamique au cours de la déformation à 300 °C. Des observations similaires ont été rapportées pour l'alliage WE54 (Mg-5Y-4Nd-0.5Zr, % en pds) déformé par compression uniaxiale et par compression plane à 300 °C [3] et dans l'alliage AZ91 (Mg-9Al-1Zn, % en pds) déformé par ECAP à 300 °C jusqu'à 4 passes [2]. Dans ce cas, les précipités agissent comme une barrière à la migration des joints de grains (Zener pinning). [3, 2].

Il est intéressant de noter que des zones PFZ se sont formées le long des joints de grains et des zones de secondes particules stables sous forme de lignes droites, comme le

montrent les flèches de la Figure III.B.2. Le développement des zones PFZ sont largement rapportées dans les alliages à base d'Al [4-5] mais rarement dans les alliages à base de Mg [6, 7]. Plusieurs mécanismes ont été proposés pour expliquer la formation des PFZ, tels que l'appauvrissement en lacunes [8, 9], épuisement des solutés [10, 11], et la dissolution des zones de Guinier-Preston (GP) [12]. L'appauvrissement en lacunes ne semble pas être une raison précise pour la formation de PFZ dans le cas présent car il est bien connu que la déformation ECAP peut introduire une densité élevée de défauts. La séquence de précipitation rapportée pour la solution solide de Mg-Ce peut être décrite comme suit Solution sursaturée de Mg \rightarrow GP-zone \rightarrow β_1 (Mg_3Ce) \rightarrow β ($Mg_{12}Ce$) [13]. Par conséquent, on peut suggérer que le soluté et la dissolution de la zone GP sont les principaux mécanismes responsables de la formation des zones PFZ dans le présent alliage. Cependant, la figure III.B.3 montre que la largeur des PFZ diminue avec l'augmentation du nombre de passes et la diminution de la température de déformation. La largeur des zone PFZ est définie ici comme la distance de la zone dénudée de part et d'autre du joint de grains [14].

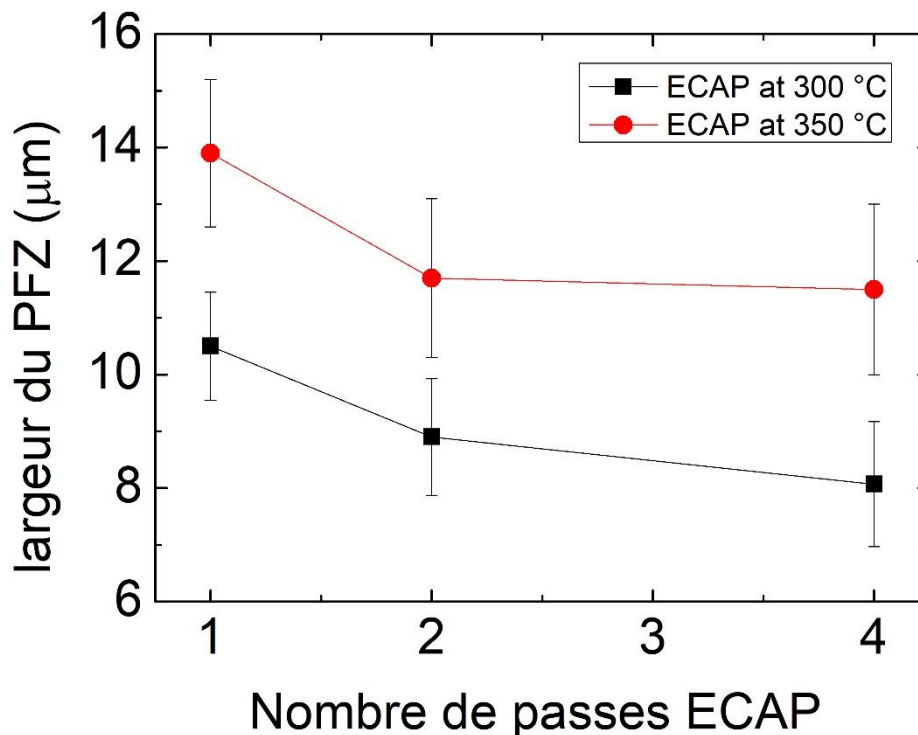


Figure III.B.3: Evolution de la largeur des zones PFZ en fonction du nombre de passes de l'alliage Mg-0.3Ce déformé respectivement à 300 et 350 °C.

La largeur des zones PFZ diminue avec l'augmentation du taux de déformation, ce qui indique que la précipitation est renforcée au cours la déformation due a l'accumulation de défauts tels que les dislocations près des joints de grains. Il a été constaté que la largeur des zones PFZ diminue avec la taille des grains dans l'alliage Mg-8Al-0.5Zn (% en pds) [6]. Il est intéressant de noter que la largeur dees zones PFZ dans l'alliage Mg-8Al-0.5Zn (dans la gamme de 0.4-0.6 μm) est beaucoup plus petite que celles obtenues dans le présent alliage (dans la gamme de 8-14 μm). Les éléments d'alliage jouent un rôle important dans la formation des zones PFZ et leur largeur [15].

La largeur des zones PFZ est plus grande dans les échantillons déformés à 350 °C qu'à 300 °C, ce qui confirme que la précipitation dynamique est moins prononcée dans les échantillons déformés à 350 °C. La présence de la recristallisation dynamique dans les échantillons déformés à 350 °C peut également influencer la largeur des zones PFZ.

Afin d'étudier plus en détail l'effet de la recristallisation dynamique sur l'évolution microstructurale de l'alliage Mg-0.3Ce déformé par ECAP, les figures III.B.4 et III.B.5 montrent les cartographies OIM en IPF après 1, 2 et 4 passes. Les traits noirs et blancs indiquent respectivement les joints HAGBs et joints LAGBs. La taille moyenne des grains est indiquée dans la partie supérieure des cartographies.

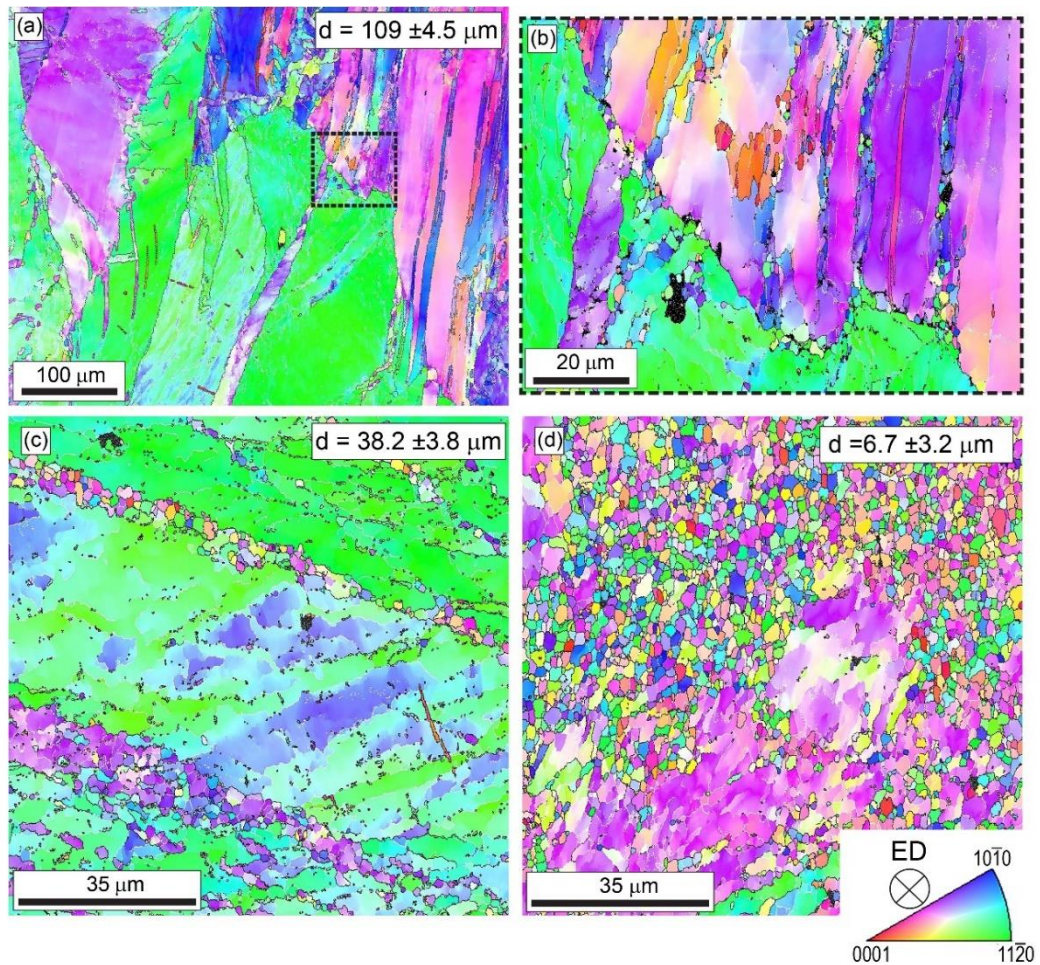


Figure III.B.4 : Cartographies ED-IPF montrant la microstructure de l'alliage Mg-0.3Ce après ECAP à 300 °C : (a, b) 1 passe, c) 2 passes et d) 4 passes.

Pour les deux températures de déformation, il est évident que la microstructure après 1 et 2 passes est très hétérogène. Après 1 passe à 300 °C, la microstructure contient toujours de gros grains mais avec la présence sous-joints et de plusieurs macles. Après 2 passes, une microstructure différente est observée dans laquelle une structure bimodale est formée, avec des grains allongés déformés entourés de grains fins équiaxes en forme de collier résultant de la recristallisation dynamique (Figure III.B.4c).

On peut penser que le début de la déformation est contrôlé par le maillage mécanique et qu'il se transforme ensuite en déformation par glissement avec l'augmentation de la déformation. La Figure III.B.5a montre que le maillage mécanique est absent dans les microstructures des échantillons déformés à 350 °C. Il est bien connu que l'activation des systèmes de glissement non basal augmente avec la température de déformation, ce qui rend le maillage mécanique inactif. On s'attend à ce que le changement des mécanismes de déformation entraîne un changement des mécanismes de germination de la recristallisation dynamique.

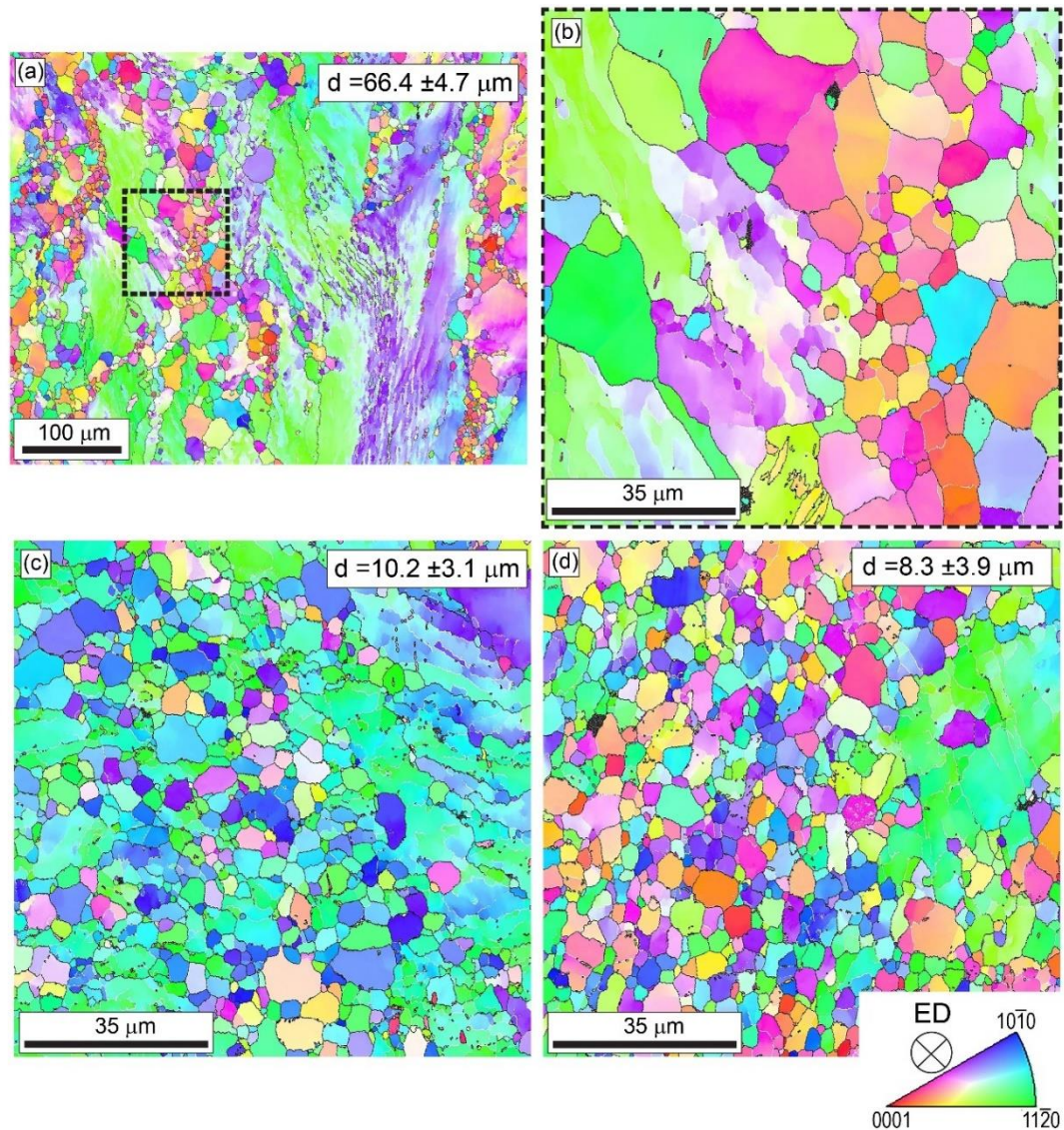


Figure III.B.5: Cartographie ED-IPF montrant la microstructure de l'alliage Mg-0.3Ce déformé par ECAP à 350 °C jusqu'à : (a, b) 1 passe, c) 2 passes et d) 4 passes.

Après 4 passes, une microstructure plus homogène peut être observée avec la diminution des grains déformés allongés et la formation de grains équiaxes plus fins. La formation de la microstructure fine est plus rapide après la déformation à 350 °C en raison de l'augmentation du taux de la recristallisation dynamique. Un affinement très efficace de grain est obtenu après 4 passes où la taille des grains passe de la gamme des millimètres à l'état initial à respectivement 6.7 et 8.3 μm après ECAP à 300 et 350 °C. Cependant, une distribution uniforme de la taille des grains n'est pas encore atteinte pour les deux conditions. Ainsi, le développement d'une microstructure homogène dans l'alliage Mg-0.3Ce pourrait nécessiter plus de passes ECAP.

La présente étude montre que la déformation par ECAP de l'alliage Mg-0.3Ce brut de coulée entraîne un très bon affinement du grain par rapport aux autres alliages à base

de Mg. Cet excellent affinement du grain n'a pas été obtenu dans les alliages conventionnels à base de Mg-Al tels que les alliages AZ31 et AZ61 (Mg-6Al-1Zn, % en pds) [16-17], ou dans l'alliage Mg-Zn-Ca-Mn [18] et les alliages Mg-13Gd-4Y-2Zn-0.6Zr (% en pds) [19] dans des conditions de déformation ECAP similaires (c'est-à-dire ECAP par la voie *Bc* jusqu'à 4 passes). Par exemple, d'une part, deux alliages AZ31 avec une taille de grain initiale de 390 μm [16] et 48 μm [20] ont été affinés à 3.5 μm et 3.9 μm après 4 passes respectivement à 250 et 240 °C. D'autre part, la taille des grains de l'alliage AZ61 diminue de $\sim 60 \mu\text{m}$ à $\sim 20 \mu\text{m}$ après 4 passes à 300 °C [17]. En outre, les études rapportées montrent que ECAP en plusieurs étapes avec une température de traitement progressivement décroissante favorise un raffinement supplémentaire des grains jusqu'à $\sim 250 \text{ nm}$ [21–23].

Comme le montre la Figure III.B.6, la fraction des grains recristallisés augmente avec le nombre de passes ECAP et la température de déformation. On peut remarquer que la fraction de la recristallisation dynamique augmente continuellement jusqu'à 4 passes dans le cas des échantillons déformés à 300 °C tandis que la fraction de la recristallisation dynamique de l'échantillon déformé à 350 °C augmente rapidement après 2 passes (51.3 %) puis augmente lentement jusqu'à 57.8 % après 4 passes. Cependant, une fraction relativement similaire de est observée pour les échantillons déformés jusqu'à 4 passes aux deux températures ($\sim 55 \%$ à 300 °C et $\sim 58 \%$ à 350 °C). Cette similitude confirme que l'effet de la précipitation dynamique est moins prononcé pour les déformations élevées. Cependant, la recristallisation dynamique est extrêmement retardé dans le présent alliage par rapport à l'alliage AZ91 (Mg-9Al-1Zn, % en pds) déformé dans des conditions similaires (i.e. ECAP à 310 °C jusqu'à 1-4 passes via route *Bc*) et subissant une précipitation dynamique de $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ dans laquelle la fraction de la recristallisation dynamique est passée de 39 % après 1 passe à 77 % après 4 passes [2]. Récemment, il a été constaté que l'alliage binaire Mg-0.4Dy (% en pds) montre aussi un retard dans la recristallisation dynamique lors d'une compression plane à 400 °C et à une vitesse de déformation de 10^{-4} s^{-1} alors qu'une recristallisation dynamique complète est souvent observée dans les alliages à base de Mg sous des conditions de deformation similaires [3, 24-25].

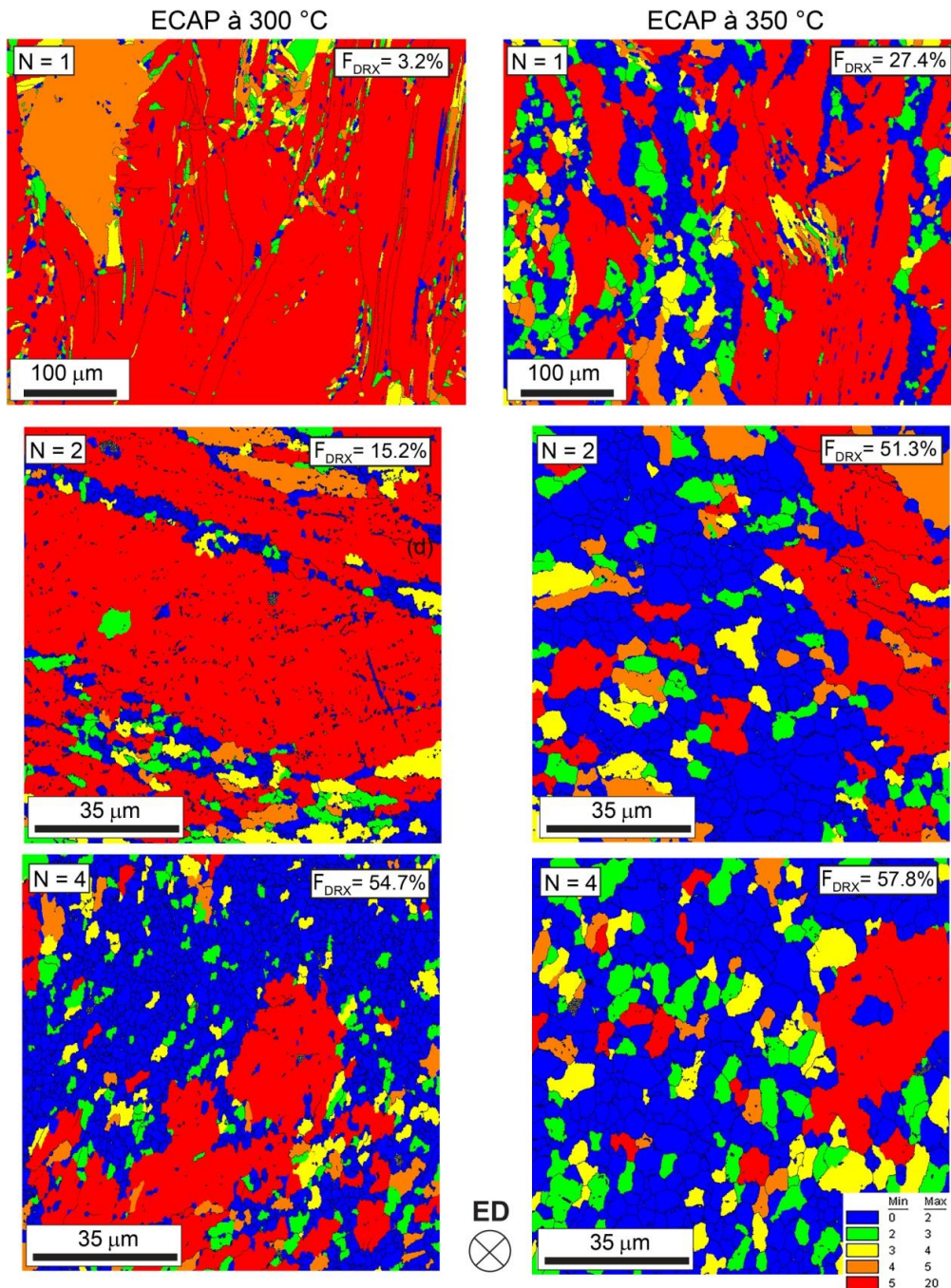


Figure III.B.6: Cartographies GOS de l'alliage Mg-0.3Ce déformé par ECAP à 300 (colonne de gauche) et 350 °C (colonne de droite) jusqu'à respectivement 1, 2 et 4 passes.

Ce comportement a été expliqué par le fait que l'activation de systèmes de glissement non basaux tels que le système de glissement pyramidal $\langle c + a \rangle$ est facile pendant la déformation dans les alliages Mg-TR et dans ce cas la recristallisation dynamique n'est plus nécessaire pour accommoder la déformation [24]. En effet, il a été récemment signalé que le système de glissement pyramidal $\langle c + a \rangle$ est le principal mode de déformation responsable de l'accommodation de la déformation à température ambiante dans l'alliage Mg-0.5Ce (% en pds) [26]. De plus, la ségrégation des solutés RE

aux joints de grains retarde fortement la recristallisation dynamique en supprimant la mobilité des joints de grains [27].

La Figure III.B.7 présente l'évolution de la taille des grains recristallisés en fonction du nombre de passes ECAP pour les deux températures de déformation. La taille des grains recristallisés diminue avec l'augmentation du nombre de passes ECAP pour les deux conditions et semble ensuite se stabiliser à 4 passes autour de respectivement 2.0 et 4.3 μm à 300 et 350 $^{\circ}\text{C}$. La taille des grains recristallisés augmente avec l'augmentation de la température de déformation. En effet, l'augmentation de la température de déformation a conduit à une croissance des grains dynamiquement recristallisés.

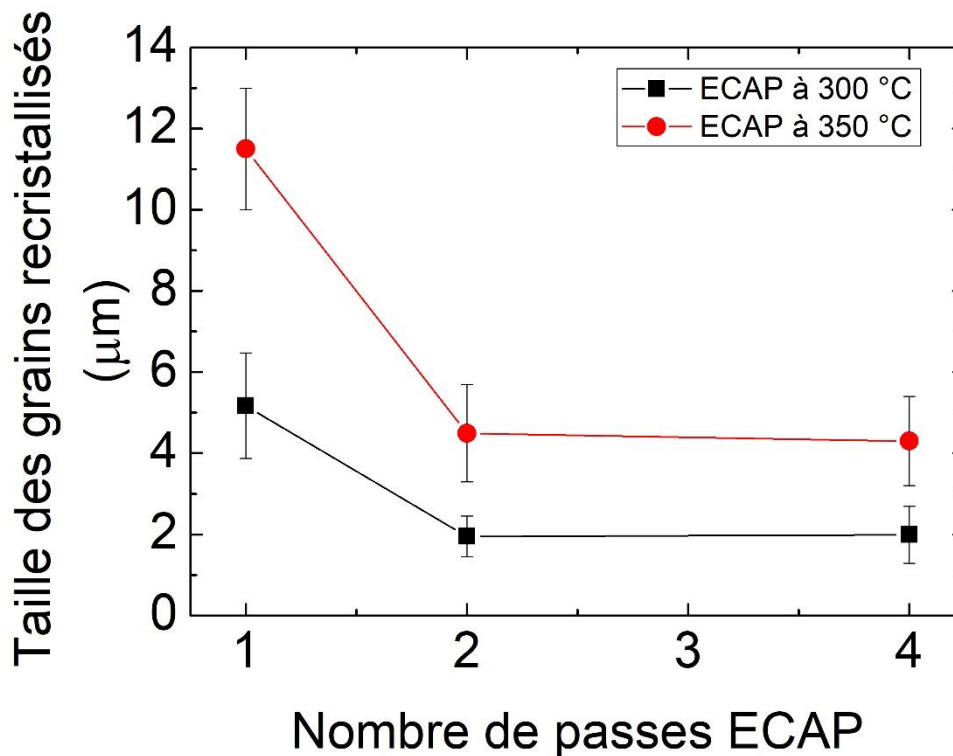


Figure III.B.7: Evolution de la taille des grains dynamiquement recristallisés en fonction du nombre de passes ECAP pour l'alliage Mg-0.3Ce déformé à 300 et 350 $^{\circ}\text{C}$.

Jusqu'à présent, et sur la base des résultats obtenus, on peut reconnaître que la température optimale pour le traitement ECAP de l'alliage Mg-0.3Ce est de 300 $^{\circ}\text{C}$ puisque la formabilité était insuffisante à des températures inférieures (150 et 250 $^{\circ}\text{C}$) et que la croissance des grains se produit à une température plus élevée (350 $^{\circ}\text{C}$).

Il est intéressant de noter que différents mécanismes de DRX ont été observés dans l'alliage Mg-0.3Ce déformé par ECAP, en particulier au stade précoce de la déformation à 300 $^{\circ}\text{C}$ (1 et 2 passes). La Figure III.B.8 présente un zoom de la

cartographie IPF de l'échantillon déformé jusqu'à 1 ECAP passe à 300 °C. Le premier mécanisme identifié est le mécanisme TDRX. Les différentes macles sont mis en évidence dans la Figure III.B.8b comme suit : macle d'extension $86^\circ \langle 11-20 \rangle \pm 10^\circ$ en vert, macle de contraction $56^\circ \langle 11-20 \rangle \pm 10^\circ$ (en noir), macles doubles $38^\circ \langle 11-20 \rangle \pm 10^\circ$ (en bleu) et $22^\circ \langle 11-20 \rangle \pm 10^\circ$ (en rouge). Comme on peut le remarquer, les macles doubles contiennent plusieurs grains fins. La présence de dislocations et leur réarrangement à l'intérieur des macles entraînent leur subdivision en sous-grains et, par conséquent, leur transformation en nouveaux grains ayant des joints HAGBs avec l'augmentation progressive du taux de déformation [28].

Au contraire, les macles d'extension dans le présent alliage ne semble pas être des sites préférentielles pour la nucléation de nouveaux grains comme le montre la Figure III.B.8a. Cela peut confirmer les observations selon lesquelles les macles d'extension ne sont généralement pas des sites favorables pour DRX en raison de la faible accumulation de contraintes en leur sein et de la faible mobilité de leurs joints de macles [29,30]. Il a été signalé que même pendant le traitement de recristallisation statique, aucune germination de nouveaux grains n'a été observée dans les macles [31,32].

Cependant, il a été récemment observé que le TDRX se produit au niveau des macles d'extension dans l'alliage déformé Mg-0.4Dy [24]. Comme on peut le voir sur la cartographie IQ+ED-IPF présentée sur la Figure III.B.8a, de fines précipitées sont distribuées à l'intérieur du macle d'extension, ce qui peut empêcher le développement de dislocations et les sous-joints. Cependant, les figures de pôles {0002} correspondantes (Figure III.B.8c) montrent que les différentes macles peuvent créer de nouvelles orientations. Les grains dynamiquement recristallisés à l'intérieur des macles développent une orientation similaire à celle du macle hôte. En revanche, l'intersection des macles avec les joints de grains génère un grand nombre de grains dynamiquement recristallisés avec des orientations variées, comme le montre le rectangle jaune dans la Figure III.B.8a et la figure de pôle {0002} correspondante. On peut suggérer que l'intersection des macles avec les joints de grains fournit une force motrice supplémentaire pour la germination des grains.

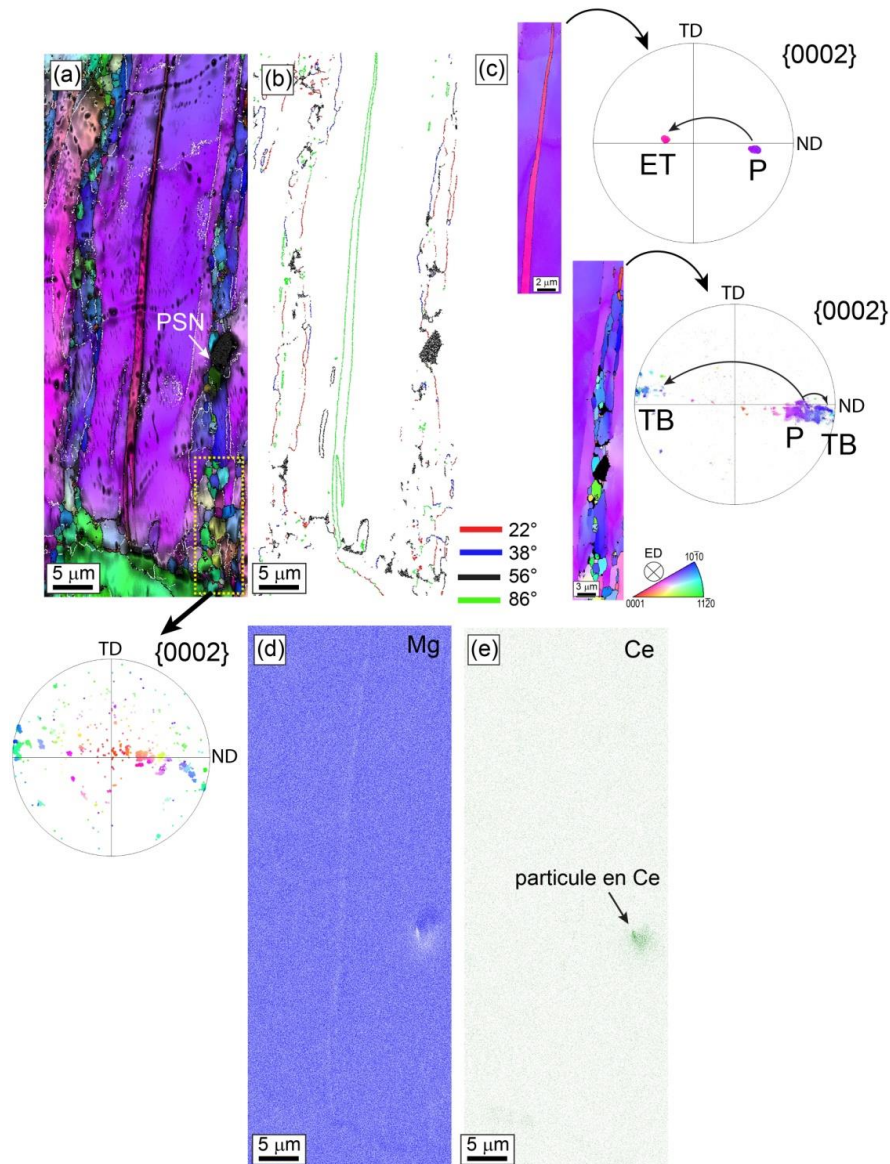


Figure III.B.8: Zone de l'échantillon Mg-0.3Ce déformé à 300 °C jusqu'à 1 passe : (a) cartographie IQ+ED-IPF, (b) cartographie montrant la présence de différentes macles, (c) les figures pôles {0002} correspondantes indiquant les orientations des grains parents (P), les macles d'extension (ET) et la bande macle (TB) et (d, e) cartographie des éléments chimiques montrant la distribution des éléments Mg et Ce.

Le second mécanisme observé dans l'échantillon déformé à 300 °C jusqu'à 1 passe est la mécanisme PSN [33]. Comme on peut le voir sur la cartographie des éléments Mg et Ce (Figures III.B.8d et III.B.8e), de nouveaux petits grains avec des orientations différentes sont formés autour d'une particule riche en élément Ce (~ 2.5 µm de diamètre). De manière surprenante, cette grande particule est située à proximité d'une macle. Cependant, les mécanismes TDRX et PSN n'ont été observés qu'après 1 ECAP passe à 300 °C, ce qui permis de conclure que ces mécanismes ne peuvent fonctionner qu'à faible

déformation et à une température de déformation relativement basse. En effet, les nouveaux grains recristallisés résultant du TDRX ne pouvant pas être reconnus avec une augmentation de la déformation ou de la température de déformation puisque les macles peuvent croître et finalement consommer entièrement le grain parent, ce qui les rend indiscernables de la microstructure originale [34]. D'autre part, le mécanisme PSN n'est pas largement présent dans la microstructure de déformation et semble avoir un effet mineur sur la recristallisation dynamique.

La cartographie ED-IPF d'une région sélectionnée près du joint de grains du même échantillon (1 passe à 300 °C) présentée dans la Figure III.B.9a illustre un troisième mécanisme qui est le mécanisme de recristallisation dynamique discontinue [35]. Il est à noter que le mécanisme discontinue est considéré comme le principal mécanisme responsable de la formation de nouveaux grains à haute déformation ($\epsilon_{eq} > 0.8$) dans les alliages déformés à base de Mg [36,37]. Il est remarqué, que le mécanisme discontinue à une température de déformation moyenne à élevée entraîne la formation de nouveaux grains ayant des orientations similaires à celles des grains déformés. Cependant, même si la déformation est élevée après 1 passe ($\epsilon_{eq} = 0.9$), le mécanisme discontinue n'est pas dominant et les orientations des nouveaux grains sont différentes de celles des grains adjacents. Ce comportement peut être attribué à au moins deux raisons : 1) la taille initiale des grains et 2) la présence de particules secondaire et des précipités le long des joints de grains. En effet, il a été trouvé que le taux de migration des joints grains issus du mécanisme discontinue au sein des gros grains est très limité [38,39]. Comme le montre la cartographie IQ+ED-IPF dans la Figure III.B.9b, le joint de grain contient des particules de précipité. Cela peut suggérer que ces précipités pourraient empêcher la formation de nouveaux grains par un effet de coincement. En outre, les orientations des nouveaux grains sont complètement différentes de celles des grains déformés adjacents. On pense que l'effet PSN a tendance à se produire aux joints des grains.

La Figure III.B.9b révèle que la formation de nouveaux grains peut se produire dans les zones PFZ adjacente aux joints de grains et ne peut pas traverser la largeur des zones PFZ (voir les flèches de la Figure III.B.9b). En outre, comme l'indique la Figure III.B.9b, des zones PFZ se sont également formées le long des particules stables et leur largeur sont inférieure à celle des joints de grains. Une inspection minutieuse de la cartographie IQ+ED-IPF (Figure III.B.9b) indique que l'intérieur de certains grains dynamiquement recristallisés contiennent des précipités, ce qui suggère une certaine relation de compétition entre la précipitation dynamique et la recristallisation dynamique

La Figure III.B.9c montre la présence d'un quatrième mécanisme où de nouveaux grains commencent à se former à l'intérieur du grain déformé, c'est la recristallisation continue[38,40]. L'accumulation de dislocations est confirmée par la cartographie KAM présentée dans la Figure III.B.9c.

Apparemment, le mécanisme de recristallisation continue permet la génération de nouveaux grains avec des orientations différentes de celle des grains déformés, comme le montre la figure de pôle {0002} de cette région.

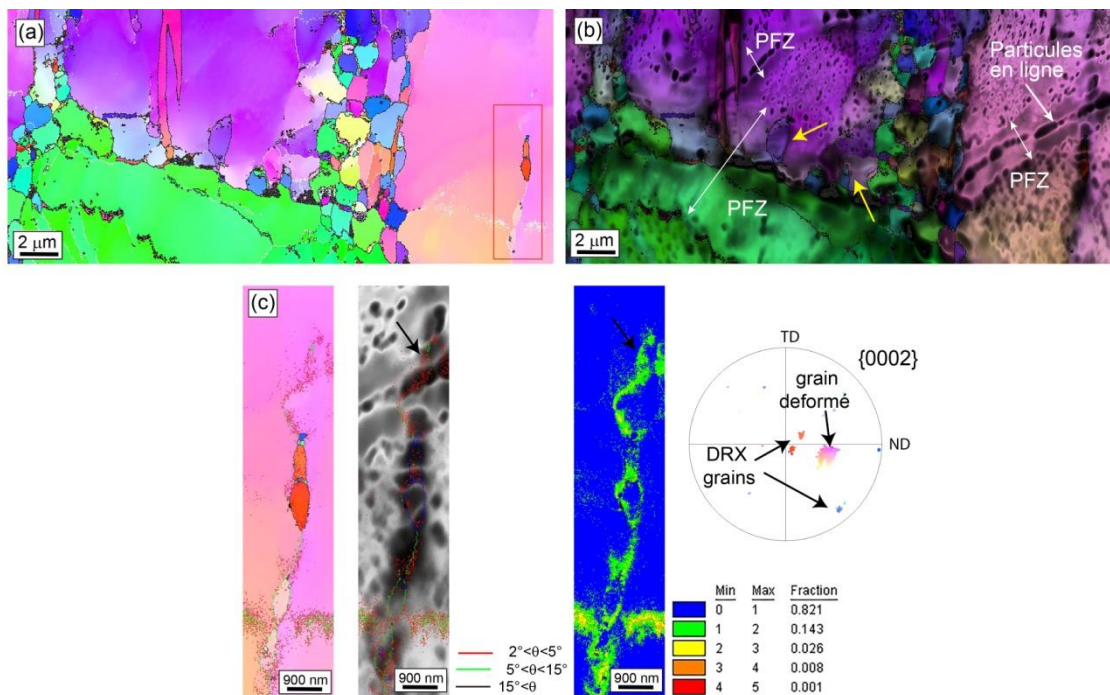


Figure III.B.9: Zone sélectionnée de l'échantillon déformé à 300 °C jusqu'à 1 passe montrant les mécanismes de recristallisation dynamique discontinue et continue : (a) cartographie ED-IPF, (b) cartographie IQ+ED-IPF et c) cartographies ED-IPF, IQ et KAM de la zone encadrée en rouge sélectionnée dans (a) et la figure pôle {0002} correspondante.

Avec l'augmentation du taux de déformation, le mécanisme de recristallisation dynamique continue semble dominer plutôt que le mécanisme de recristallisation dynamique discontinue comme on peut le voir clairement dans l'échantillon déformé jusqu'à 2 passes à 300 °C (Figure III.B.2b) et sa zone sélectionnée montrée dans la Figure III.B.10a. Les grains sont encore grands et contiennent une fraction élevée de LAGBs, ce qui entraîne la formation d'un gradient d'orientation à l'intérieur de ceux-ci, comme le montre l'augmentation progressive du profil de l'angle de désorientation des lignes de A à B et de C à D (Figure III.B.10b). Les cartographies séparant les grains déformés et

recristallisés présentées dans les Figures III.B.10c et d montrent que de nombreux nouveaux grains recristallisés ont des orientations différentes de celles des grains déformés. Le mécanisme continue a entraîné le développement d'une structure en collier similaire à celle du mécanisme discontinue (Figure III.B.10c). De plus, les deux mécanismes ont entraîné le développement de nouvelles orientations. Ce résultat indique que les mécanismes continue et discontinue ont été activés de manière concomitante, rendant leur séparation difficile avec l'augmentation du taux de déformation.

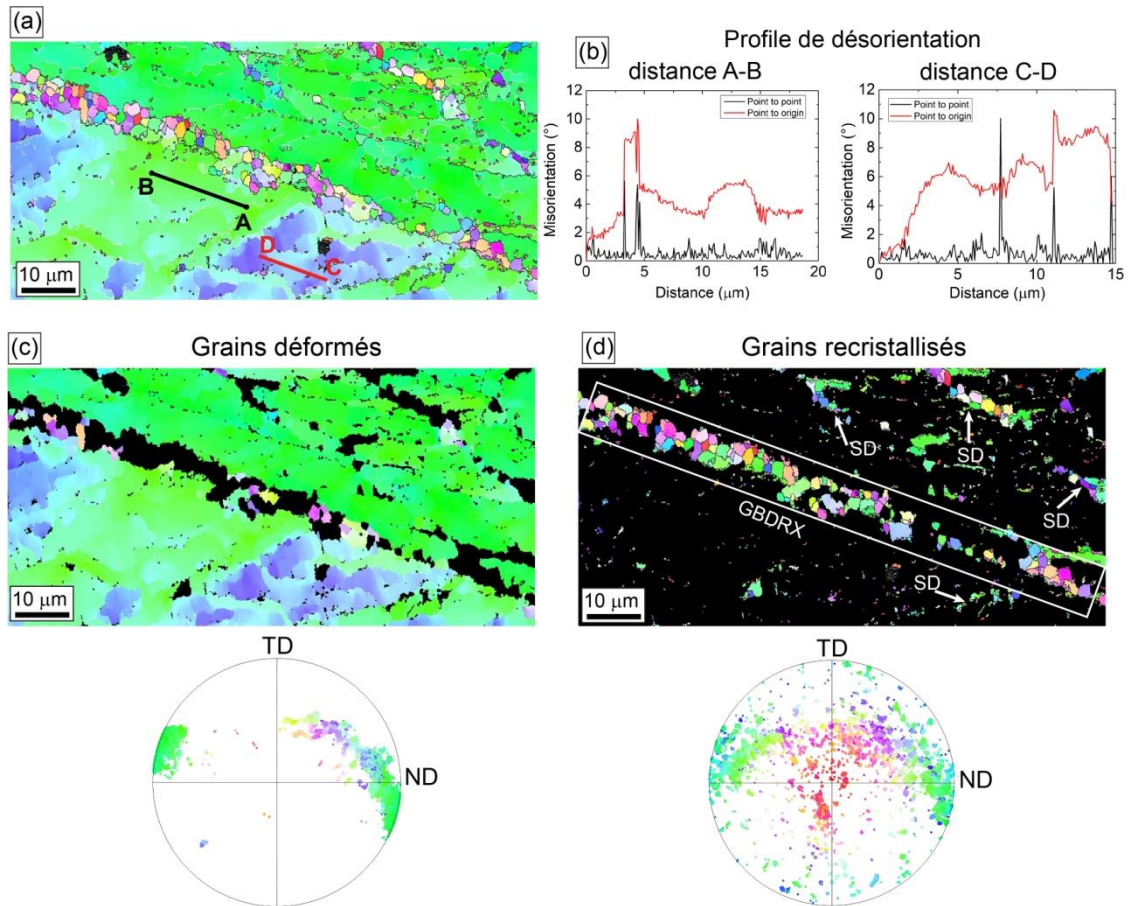


Figure III.B.10: (a) Cartographie ED-IPF d'une zone sélectionnée de l'échantillon déformé à 300 °C jusqu'à 2 passes, (b) profil d'angle de désorientation le long des lignes AB et CD, (c, d) cartographie ED-IPF et figure de pôle {0002} montrant respectivement l'orientation des grains déformés et dynamiquement recristallisés.

Dans le cas de la déformation à 350 °C, l'identification des mécanismes de recristallisation dynamique n'a pas été possible car les grains recristallisés se sont déjà formés peu après 1 passe et ont subi même une croissance des grains après 4 passes.

Le rapide recristallisation et la croissance des grains dynamiquement recristallisés provoquent la diminution de la valeur de micro dureté des échantillons déformés à 350 °C par rapport à ceux déformés à 300 °C, comme le montre la Figure III.B.11a. La valeur

Hv augmenté respectivement de 37 Hv à l'état initial à 51 Hv et 46 Hv après 1 passe à 300 et 350 °C. Les valeurs Hv continuent d'augmenter avec le nombre de passes ECAP pour atteindre une valeur respectivement de 64 et 55 Hv après 4 passes à 300 et 350 °C. L'augmentation des valeurs Hv est une conséquence évidente de l'augmentation de la densité des dislocations et l'affinement de la taille des grains.

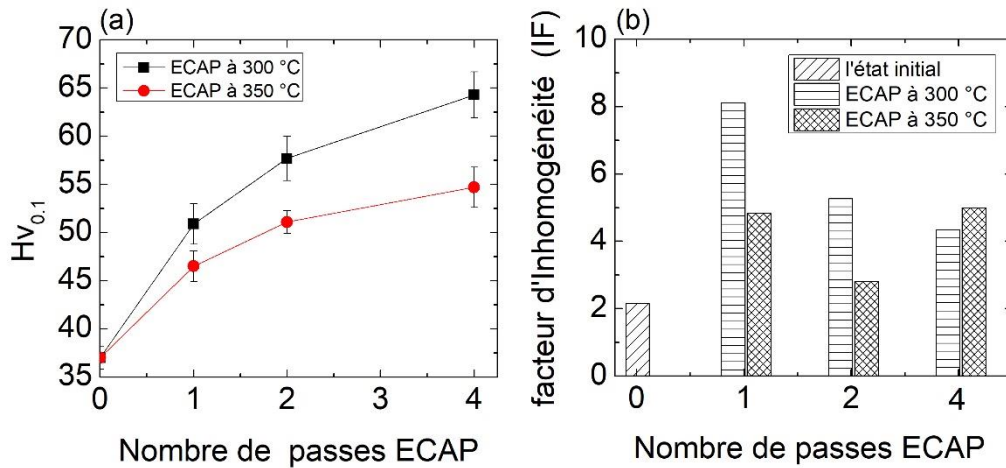


Figure III.B.10: Evolution de : (a) la micro dureté Hv et (b) facteur d'inhomogénéité en fonction du nombre de passes ECAP de Mg-0.3Ce déformé respectivement à 300 et 350 °C.

L'inhomogénéité de la déformation au cours de la déformation peut être estimée par le facteur d'inhomogénéité (IF) en utilisant l'équation suivante [41]:

$$IF = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^n (Hv_i - Hv_{ave})^2 / n - 1}}{Hv_{ave}} \times 100 \quad (1)$$

où n est le nombre de mesures de micro dureté sur chaque échantillon, Hv_{ave} la valeur moyenne de micro dureté, et Hv_i la valeur de micro dureté de la i ème mesure.

L'évolution du facteur IF en fonction du nombre de passes ECAP de l'alliage Mg-0.3Ce est présentée à la figure III.B.10b. Une microstructure très homogène conduit à une valeur faible du facteur IF [41]. Comme on peut le voir, le facteur IF de l'alliage Mg-0.3Ce augmente après 1 ECAP passe, principalement en raison de l'écrouissage (génération de caractéristiques de déformation telles que la densité de dislocation) ce qui a généré l'inhomogénéité de la microstructure et les propriétés mécaniques. Cependant, le facteur IF de l'échantillon déformé à 300 °C est 2 fois plus élevé que celui de l'échantillon déformé à 350 °C, probablement en raison de la précipitation dynamique,

comme le montre la figure III.B.2, qui provoque un durcissement supplémentaire en tant qu'obstacle au mouvement des dislocations.

Dans le cas de la déformation à 300 °C, la valeur du facteur IF diminue continuellement avec l'augmentation du nombre de passes ECAP, impliquant l'amélioration de l'homogénéité de la déformation due à l'affinement des grains. Plusieurs études ont rapporté des tendances similaires du facteur IF en fonction de l'augmentation de la déformation au cours de déformations sévères [42-43]. En revanche, dans le cas de la déformation à 350 °C, le facteur IF diminue d'abord après 2 passes, puis augmente à nouveau après 4 passes. Ces résultats indiquent que les échantillons déformés à des températures élevées présentent une microstructure plus homogène, sauf à un niveau de déformation élevé (4 passes) où la croissance des grains dynamiquement recristallisés semble causer l'augmentation de l'inhomogénéité des propriétés mécaniques.

III.B.3. Développement de la texture après ECAP

L'évolution de la texture des grains déformés et recristallisés en fonction du nombre de passes ECAP pour les deux températures de déformation est présentée dans la Figure III.B.11 en termes de figures de pôles recalculées {0002}. Il convient de noter que la texture initiale n'a pas été mesurée en raison des gros grains de l'alliage tel que coulé. Les principales composantes et fibres de la texture idéale ECAP (le cas d'un moule d'angle $\Phi = 90^\circ$) pour les matériaux HCP sont énumérés dans le Tableau III.B.1 et également illustrés dans la Figure III.B.11. Les composantes de la texture ECAP sont dérivées de celles du cisaillement simple ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$) en subissant une rotation supplémentaire de $\Phi/2$ à $\varphi_1 : (\varphi_1 + \Phi/2, \Phi, \varphi_2)$ [44].

Dans le cas de la déformation à 300 °C, les grains déformés ont rapidement développé une fibre partielle P partielle après 1 passe avec un maximum situé à $P_1 (200^\circ, 90^\circ, 0^\circ)$ et une forte orientation nommée C ($60^\circ, 45^\circ, 30^\circ$) situé entre les fibres C_1 et B (Figure III.B.11). Cette orientation a été rapportée dans plusieurs articles comme une texture basale (fibre B) tournée d'environ $40-45^\circ$ vers la direction d'extrusion (ED) [45, 46-47]. Cette composante est formée par la rotation des grains induite par le cisaillement et principalement due à l'activation du système de glissement basal $\langle a \rangle$ [48]. Les grains recristallisés semblent développer deux fibres B et C_1 (Figure III.B.11). Après 2 passes, la fibre Y s'est formée et la fibre partielle P avec un maximum situé à la composante $P_2 (20^\circ, 80^\circ, 0^\circ)$. De plus, la composante C ($60^\circ, 45^\circ, 30^\circ$) est formée dans les grains recristallisés comme le montre la Figure III.C.11. La composante C est devenue dominante dans les grains déformés et recristallisés (Figures III.B.11) de l'échantillon

déformé à 300 °C jusqu'à 4 passes. La domination de cette texture a été largement rapportée dans les alliages à base de Mg déformés par ECAP [45, 47-50].

Apparemment, la déformation à 350 °C a conduit au développement de textures différentes. Les composants C et tP_2 se sont formés peu après 1 passe dans les grains déformés, tandis que le composant P_2 semble être remplacé par la fibre C_1 dans les grains recristallisés (Figure III.B.11). La domination de la composante C après 4 passes à 300 °C et sa formation rapide à 350 °C après 1 passe confirme la domination du mécanisme discontinue dans ces échantillons, car on pense que ce mécanisme renforce la texture basale en limitant le glissement pyramidal [38].

Tableau III.B.1. Position des composantes idéales de la texture ECAP pour les matériaux HCP [44].

Notation	Angle d'Euler ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$)
B-fiber	(45°, 90°, 0-60°)
P-fiber	(125-225°, 90°, 0°)
Y-fiber	(345°, 90°, 0-60°)
C_1 -fiber	(45°, 30°, 0-60°)
C_2 -fiber	(225°, 30°, 0-60°)

Cependant, la domination de la fibre P est claire dans les grains déformés et recristallisés de l'échantillon déformé jusqu'à 2 passes (Figures III.B.11). Il convient de mentionner que l'échantillon déformé jusqu'à 4 passes à 350 °C présente une texture complètement différente de celle de l'échantillon déformé à 300 °C où une nouvelle composante située à S (80°, 90°, 0°) dans laquelle certains grains ont leur $\langle 0001 \rangle$ parallèle à direction transversale (TD) s'est développée dans les grains déformés et recristallisés. Une formation de texture similaire a été rapportée dans les alliages LAE442 (Mg-4Li-3.5Al-1.3Ce, % en pds) et WN43 (Mg-4Y-3Nd, % en pds) déformés par ECAP jusqu'à 8 passes en utilisant la route *Bc* [51,52].

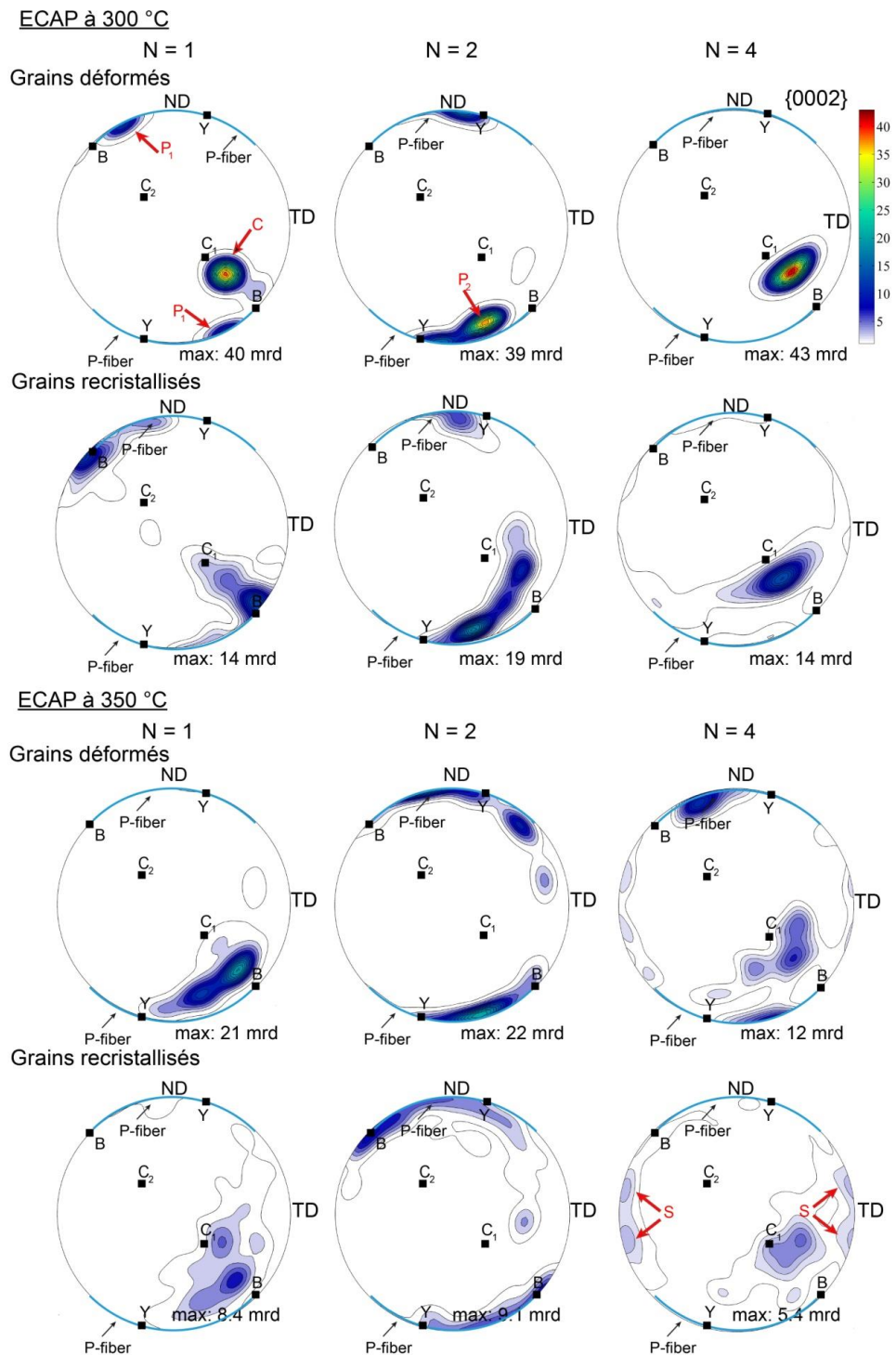


Figure III.B.11: Figures de pôles $\{0002\}$ recalculées des grains déformés et recrystallisés de l'alliage Mg-0.3Ce déformé par ECAP à 300 et 350 °C jusqu'à 1, 2 et 4 passes.

En conséquence, l'origine de la formation des composantes de la fibre P et de la composante S ($\langle 0001 \rangle // TD$) a été expliquée par l'activation massive des systèmes de glissement pyramidal et prismatique $\langle c+a \rangle$ [51,52].

L'instabilité de la texture avec l'augmentation du nombre de passes ECAP résulte de la rotation de l'échantillon entre les passages ECAP (route Bc) qui provoque des

changements orthogonaux dans le chemin de déformation après chaque passe [53]. De même, la persistance et la stabilité des composants de la texture de cisaillement dépendent fortement de l'activation de différents systèmes de glissement et de maclage. Par exemple, la présence des fibres B, P et Y correspond à une forte activation du système de glissement basal $\langle a \rangle$ tandis que l'activation du système de glissement pyramidal $\langle c+a \rangle$ entraîne la formation des fibres C_1 et C_2 [54]. Malgré la similitude de la fraction de la recristallisation dynamique dans les échantillons déformés jusqu'à 4 passes, les textures sont clairement différentes (Figure III.B.12).

La croissance des grains dynamiquement recristallisés dans l'échantillon déformé à 350 °C peut être une explication plausible de la modification de la texture. Le développement de la texture de recristallisation est lié à la théorie de la nucléation orientée et/ou de la croissance orientée [55]. La théorie de la nucléation orientée propose que la formation d'une orientation spécifique reste stable au cours de la croissance ultérieure du grain, tandis que dans la théorie de la croissance orientée, la stabilité de l'orientation du grain dépend de la mobilité du joint de grain [55]. Dans la présente étude, la texture est typique de celle rapportée pour la majorité des alliages à base de Mg (composant C) lorsque les grains dynamiquement recristallisés sont petits (échantillon déformé à 300 °C). L'augmentation de la taille des grains dynamiquement recristallisés a entraîné la formation de nouvelles orientations non seulement dans les grains dynamiquement recristallisés mais aussi dans les grains déformés (échantillon déformé à 350 °C). On peut conclure que la croissance préférentielle des grains est responsable de la modification de la texture des échantillons déformés à 300 et 350 °C. En outre, il est désormais bien connu que l'ajout d'éléments RE peut modifier de manière significative la texture des alliages à base de Mg pendant la déformation et le recuit ultérieur en affaiblissant la texture ou en formant de nouvelles orientations [3,56].

Références

- [1] Zhao, D., Li, G., Li, P., Zhou, J., Cheng, K., Liu, Y., ... & Wang, X. (2021). A comparative study on the microstructures and mechanical properties of the Mg-xCa/Mn/Ce alloys and pure Mg. *Materials Science and Engineering: A*, 803, 140508.
- [2] Cubides, Y., Zhao, D., Nash, L., Yadav, D., Xie, K., Karaman, I., & Castaneda, H. (2020). Effects of dynamic recrystallization and strain-induced dynamic precipitation on the corrosion behavior of partially recrystallized Mg-9Al-1Zn alloys. *Journal of Magnesium and Alloys*, 8(4), 1016-1037.
- [3] Azzeddine, H., & Bradai, D. (2012). On the texture and grain growth in hot-deformed and annealed WE54 alloy. *International journal of materials research*, 103(11), 1351-1360.
- [4] Srivatsan, T. S., & Lavernia, E. J. (1991). The presence and consequences of precipitate-free zones in an aluminium-copper-lithium alloy. *Journal of materials science*, 26, 940-950.
- [5] Tolley, A., Mitlin, D., Radmilovic, V., & Dahmen, U. (2005). Transmission electron microscopy analysis of grain boundary precipitate-free-zones (PFZs) in an AlCuSiGe alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 412(1-2), 204-213.
- [6] Zindal, A., Jain, J., Prasad, R., & Singh, S. S. (2017). Effect of pre-strain and grain size on the evolution of precipitate free zones (PFZs) in a Mg-8Al-0.5 Zn alloy. *Materials Letters*, 201, 207-210.
- [7] Zhang, Y., Rong, W., Wu, Y., Peng, L., Nie, J. F., & Birbilis, N. (2018). A comparative study of the role of Ag in microstructures and mechanical properties of Mg-Gd and Mg-Y alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 731, 609-622.
- [8] Embury, J. D., & Nicholson, R. B. (1965). The nucleation of precipitates: the system Al-Zn-Mg. *Acta Metallurgica*, 13(4), 403-417.
- [9] Lorimer, G. W., & Nicholson, R. B. (1966). Further results on the nucleation of precipitates in the Al-Zn-Mg system. *Acta Metallurgica*, 14(8), 1009-1013.
- [10] Unwin, P. N. T., Lorimer, G. W., & Nicholson, R. B. (1969). The origin of the grain boundary precipitate free zone. *Acta Metallurgica*, 17(11), 1363-1377.
- [11] Jha, S. C., Sanders Jr, T. H., & Dayananda, M. A. (1987). Grain boundary precipitate free zones in Al-Li alloys. *Acta Metallurgica*, 35(2), 473-482.
- [12] Cai, B., Adams, B. L., & Nelson, T. W. (2007). Relation between precipitate-free zone width and grain boundary type in 7075-T7 Al alloy. *Acta materialia*, 55(5), 1543-1553.

- [13] Saito, K., & Kaneki, H. (2013). TEM study of real precipitation behavior of an Mg–0.5 at% Ce age-hardened alloy. *Journal of alloys and compounds*, 574, 283-289.
- [14] Ogura, T., Hirosawa, S., & Sato, T. (2004). Quantitative characterization of precipitate free zones in Al–Zn–Mg (–Ag) alloys by microchemical analysis and nanoindentation measurement. *Science and Technology of Advanced Materials*, 5(4), 491-496.
- [15] Ogura, T., Hirosawa, S., Cerezo, A., & Sato, T. (2010). Atom probe tomography of nanoscale microstructures within precipitate free zones in Al–Zn–Mg (–Ag) alloys. *Acta Materialia*, 58(17), 5714-5723.
- [16] Khani, S., Salehi, M. T., Samim, H. R., Aboutalebi, M. R., & Palkowski, H. (2016). The effect of severe plastic deformation on the microstructure and mechanical properties of as-cast AZ31. *Iranian Journal of Materials Science and Engineering*, 13(3), 29-38.
- [17] Avvari, M., & Able, M. (2016). Microstructure evolution in AZ61 alloy processed by equal channel angular pressing. *Advances in Mechanical Engineering*, 8(6), 1687814016651820.
- [18] Tong, L. B., Chu, J. H., Sun, W. T., Jiang, Z. H., Zou, D. N., Liu, S. F., ... & Zheng, M. Y. (2021). Development of a high-strength Mg alloy with superior ductility through a unique texture modification from equal channel angular pressing. *Journal of Magnesium and Alloys*, 9(3), 1007-1018.
- [19] Li, B., Teng, B., & Chen, G. (2019). Microstructure evolution and mechanical properties of Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy during equal channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*, 744, 396-405.
- [20] Su, C. W., Lu, L., & Lai, M. O. (2006). A model for the grain refinement mechanism in equal channel angular pressing of Mg alloy from microstructural studies. *Materials Science and Engineering: A*, 434(1-2), 227-236.
- [21] Biswas, S., Dhinwal, S. S., & Suwas, S. (2010). Room-temperature equal channel angular extrusion of pure magnesium. *Acta materialia*, 58(9), 3247-3261.
- [22] Minárik, P., Král, R., Pešička, J., Daniš, S., & Janeček, M. (2016). Microstructure characterization of LAE442 magnesium alloy processed by extrusion and ECAP. *Materials Characterization*, 112, 1-10.
- [23] Ma, Y., Han, F. Y., Liu, C., & Li, M. Z. (2020). Microstructure, texture evolution, and mechanical properties of ECAP-processed ZAT522 magnesium alloy. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 33, 233-242.

- [24] Guerza-Soualah, F., Azzeddine, H., Baudin, T., Helbert, A. L., Brisset, F., & Bradai, D. (2020). Microstructural and textural investigation of an Mg–Dy alloy after hot plane strain compression. *Journal of Magnesium and Alloys*, 8(4), 1198-1207.
- [25] Abouhilou, F., Hanna, A., Azzeddine, H., & Bradai, D. (2019). Microstructure and texture evolution of AZ31 Mg alloy after uniaxial compression and annealing. *Journal of Magnesium and Alloys*, 7(1), 124-133.
- [26] Mishra, R. K., Brahme, A., Sabat, R. K., Jin, L., & Inal, K. (2019). Twinning and texture randomization in Mg and Mg-Ce alloys. *International Journal of Plasticity*, 117, 157-172.
- [27] Hadorn, J. P., Hantzsche, K., Yi, S., Bohlen, J., Letzig, D., Wollmershauser, J. A., & Agnew, S. R. (2012). Role of solute in the texture modification during hot deformation of Mg-rare earth alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 43, 1347-1362.
- [28] Sun, H. Q., Shi, Y. N., Zhang, M. X., & Lu, K. (2007). Plastic strain-induced grain refinement in the nanometer scale in a Mg alloy. *Acta Materialia*, 55(3), 975-982.
- [29] Li, X., Yang, P., Wang, L. N., Meng, L., & Cui, F. E. (2009). Orientational analysis of static recrystallization at compression twins in a magnesium alloy AZ31. *Materials Science and Engineering: A*, 517(1-2), 160-169.
- [30] Jiang, M. G., Yan, H., & Chen, R. S. (2015). Twinning, recrystallization and texture development during multi-directional impact forging in an AZ61 Mg alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 650, 399-409.
- [31] Sabat, R. K., Panda, D., & Sahoo, S. K. (2017). Growth mechanism of extension twin variants during annealing of pure magnesium: An ‘ex situ’ electron backscattered diffraction investigation. *Materials Characterization*, 126, 10-16.
- [32] Sabat, R. K., & Sahoo, S. K. (2017). An ‘ex situ’ electron backscattered diffraction study of nucleation and grain growth in pure magnesium. *Materials & Design*, 116, 65-76.
- [33] Humphreys, F. J., & Hatherly, M. J. O. E. (2004). Recrystallization of single-phase alloys. *Recrystallization and related annealing phenomena*, 215-IV.
- [34] Al-Samman, T., Li, X., & Chowdhury, S. G. (2010). Orientation dependent slip and twinning during compression and tension of strongly textured magnesium AZ31 alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 527(15), 3450-3463.
- [35] Barnett, M. R., Sullivan, A., Stanford, N., Ross, N., & Beer, A. (2010). Texture selection mechanisms in uniaxially extruded magnesium alloys. *Scripta materialia*, 63(7), 721-724.

- [36] Fatemi-Varzaneh, S. M., Zarei-Hanzaki, A., & Beladi, H. (2007). Dynamic recrystallization in AZ31 magnesium alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 456(1-2), 52-57.
- [37] Zhang, J., Chen, B., & Liu, C. (2014). An investigation of dynamic recrystallization behavior of ZK60-Er magnesium alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 612, 253-266.
- [38] Xie, C., He, J. M., Zhu, B. W., Liu, X., Zhang, J., Wang, X. F., ... & Fang, Q. H. (2018). Transition of dynamic recrystallization mechanisms of as-cast AZ31 Mg alloys during hot compression. *International Journal of Plasticity*, 111, 211-233.
- [39] Ding, R., & Guo, Z. X. (2001). Coupled quantitative simulation of microstructural evolution and plastic flow during dynamic recrystallization. *Acta materialia*, 49(16), 3163-3175.
- [40] Galiyev, A., Kaibyshev, R., & Gottstein, G. (2001). Correlation of plastic deformation and dynamic recrystallization in magnesium alloy ZK60. *Acta materialia*, 49(7), 1199-1207.
- [41] Rafizadeh, E., Mani, A., & Kazeminezhad, M. (2009). The effects of intermediate and post-annealing phenomena on the mechanical properties and microstructure of constrained groove pressed copper sheet. *Materials Science and Engineering: A*, 515(1-2), 162-168.
- [42] Alvand, M., Naseri, M., Borhani, E., & Abdollah-Pour, H. (2017). Nano/ultrafine grained AA2024 alloy processed by accumulative roll bonding: a study of microstructure, deformation texture and mechanical properties. *Journal of Alloys and Compounds*, 712, 517-525.
- [43] Khodabakhshi, F., Kazeminezhad, M., & Kokabi, A. H. (2010). Constrained groove pressing of low carbon steel: Nano-structure and mechanical properties. *Materials Science and Engineering: A*, 527(16-17), 4043-4049.
- [44] Beyerlein, I. J., & Tóth, L. S. (2009). Texture evolution in equal-channel angular extrusion. *Progress in Materials Science*, 54(4), 427-510.
- [45] Zhang, F., Zhang, K. X., Tan, C. W., Yu, X. D., WANG, F. C., & CAI, H. N. (2011). Microstructure and mechanical properties of Mg-Gd-Y-Zr alloy processed by equal channel angular pressing. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 21(10), 2140-2146.
- [46] Estrin, Y., Yi, S. B., Brokmeier, H. G., Zúberová, Z., Yoon, S. C., Kim, H. S., & Hellmig, R. J. (2008). Microstructure, texture and mechanical properties of the

magnesium alloy AZ31 processed by ECAP. *International Journal of Materials Research*, 99(1), 50-55.

[47] Janeček, M., Yi, S., Král, R., Vratna, J., & Kainer, K. U. (2010). Texture and microstructure evolution in ultrafine-grained AZ31 processed by EX-ECAP. *Journal of materials science*, 45, 4665-4671.

[48] Müller, J., Janeček, M., Yi, S., Čížek, J., & Wagner, L. (2009). Effect of equal channel angular pressing on microstructure, texture, and high-cycle fatigue performance of wrought magnesium alloys. *International journal of materials research*, 100(6), 838-842.

[49] Sabat, R. K., Brahme, A. P., Mishra, R. K., Inal, K., & Suwas, S. J. A. M. (2018). Ductility enhancement in Mg-0.2% Ce alloys. *Acta Materialia*, 161, 246-257.

[50] Liu, T., Wang, Y. D., Wu, S. D., Peng, R. L., Huang, C. X., Jiang, C. B., & Li, S. X. (2004). Textures and mechanical behavior of Mg–3.3% Li alloy after ECAP. *Scripta Materialia*, 51(11), 1057-1061.

[51] Minárik, P., Král, R., Čížek, J., & Chmelík, F. (2016). Effect of different c/a ratio on the microstructure and mechanical properties in magnesium alloys processed by ECAP. *Acta Materialia*, 107, 83-95.

[52] Minárik, P., Zemková, M., Veselý, J., Bohlen, J., Knapek, M., & Král, R. (2021). The effect of Zr on dynamic recrystallization during ECAP processing of Mg-Y-RE alloys. *Materials Characterization*, 174, 111033.

[53] Suwas, S., Beausir, B., Tóth, L. S., Funderberger, J. J., & Gottstein, G. (2011). Texture evolution in commercially pure titanium after warm equal channel angular extrusion. *Acta Materialia*, 59(3), 1121-1133.

[54] Beausir, B., Tóth, L. S., & Neale, K. W. (2007). Ideal orientations and persistence characteristics of hexagonal close packed crystals in simple shear. *Acta Materialia*, 55(8), 2695-2705.

[55] Doherty, R. D. (1985). Nucleation and growth kinetics of different recrystallization texture components. *Scripta metallurgica*, 19(8), 927-930.

[56] Stanford, N., & Barnett, M. R. (2008). The origin of “rare earth” texture development in extruded Mg-based alloys and its effect on tensile ductility. *Materials Science and Engineering: A*, 496(1-2), 399-408.

**Partie C :Evolution de la
microstructure et de la
texture d'un alliage Mg-Ce
traité par ECAP pendant
un recuit isotherme**

III.C. Résultats et discussions

La Figure III.C.1 montre l'évolution de la cartographie OIM de l'alliage Mg-0.3Ce déformé par ECAP à 300 °C jusqu'à 1, 2 et 4 passes suivi d'un recuit à 450 °C pendant 5, 30, 60 et 180 min. L'évolution de la fraction de la recristallisation statique (SR) et de la taille des grains recristallisés en fonction du temps de recuit des échantillons est présentée dans la Figure III.C.2. La fraction de la recristallisation dynamique (DRX) au cours de la déformation ECAP est également représentée sur la Figure III.C.2.

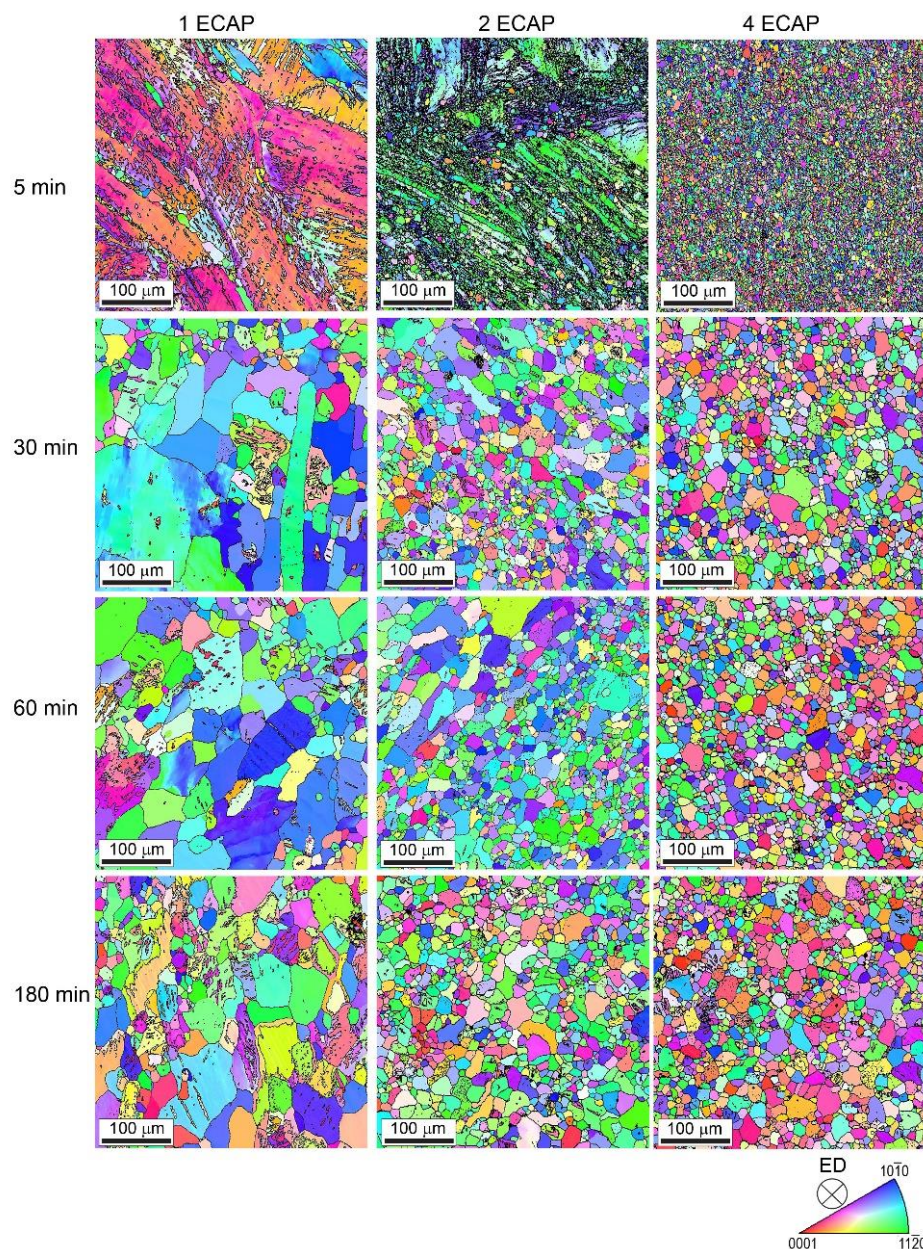


Figure III.C.1 : Evolution de la cartographie OIM de l'alliage Mg-0.3Ce déformé par ECAP à 300 °C jusqu'à 1, 2 et 4 passes suivi d'un recuit à 450 °C pendant 5, 30, 60 et 180 min.

Les microstructures des échantillons 1 et 2 ECAP sont encore hétérogènes après un recuit de 5 min, comme le montre la Figure III.C.1. La microstructure de l'échantillon 1 ECAP évolue avec l'augmentation du temps de recuit mais reste très hétérogène. Elle est formée d'un mélange de gros et petits grains recristallisés avec une taille moyenne de 49.0 μm . On peut remarquer une grande quantité de macles, principalement des macles d'extension ($86^\circ \langle 11\bar{2}0 \rangle$). La microstructure de l'échantillon 1 ECAP n'est pas complètement recristallisée (85%) même après un long temps de recuit (180 min), contrairement aux échantillons 2 et 4 ECAP qui ont atteint une fraction de 91 % à 180 min.

En revanche, une microstructure homogène se forme progressivement dans l'échantillon 2 ECAP avec l'augmentation du temps de recuit. La taille moyenne des grains recristallisés passe de 2.8 μm après 5 min à 19.4 μm après 180 min.

Des grains fins d'une valeur moyenne de 3.2 μm ont été formés dans l'échantillon 4 ECAP après un recuit de 5 min. La microstructure de l'échantillon 4 ECAP reste homogène avec l'augmentation du temps de recuit et la taille des grains recristallisés augmente à 18.6 μm après un recuit de 180 min. La formation de macles d'extension est limitée dans les échantillons 2 et 4 ECAP en raison de l'effet de la taille des grains.

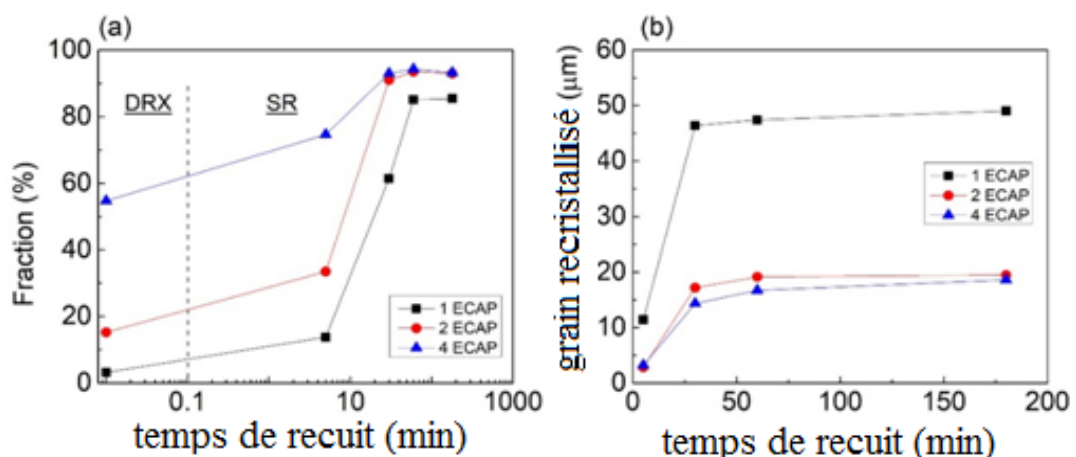


Figure III.C.2 : Evolution de : (a) la fraction de recristallisation et (b) la taille des grains recristallisés en fonction du temps de recuit des échantillons 1, 2 et 4 ECAP.

L'évolution de la distribution des angles de désorientation et la fraction des joints LAGBs ($1^\circ < \theta < 15^\circ$), macles d'extension et des HAGBs ($15^\circ < \theta$) avec le temps de recuit des échantillons 1, 2 et 4 ECAP sont montrés dans la Figure III.C.3. La distribution des angles de désorientation dépend du nombre de passes ECAP plutôt sur de temps de recuit (Figures III.C.3a-c). Apparemment, les différentes fractions de joints de grains (Figures

III.C.3d-f) ne changent pas avec le temps de recuit pour tous les échantillons, à l'exception de la diminution des joints LAGBs après un recuit de 30 min dans les échantillons 1 et 2 ECAP. Cependant, les fractions des joints LAGBs et les macles d'extension sont plus élevées dans l'échantillon 1 ECAP comparé aux échantillons 2 et 4 ECAP.

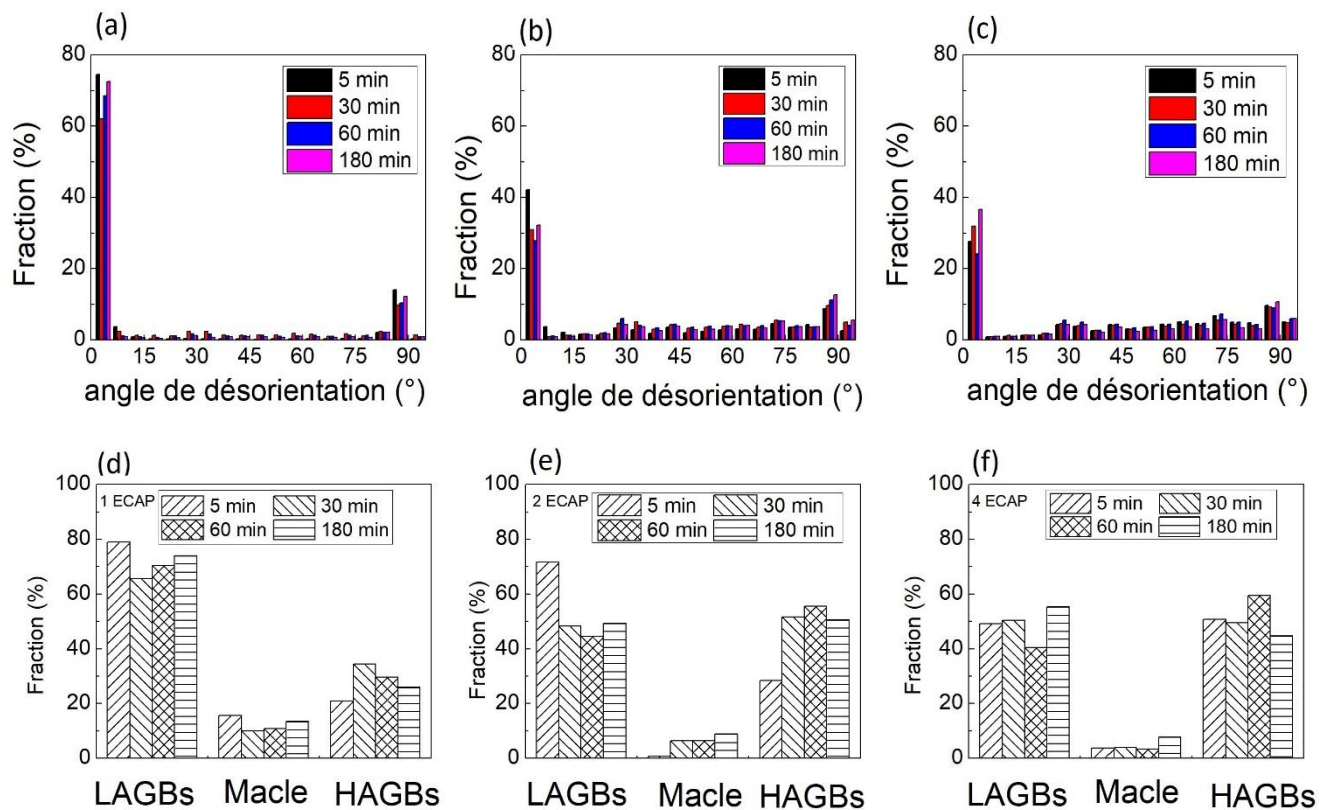


Figure III.C.3 : Distribution de l'angle de désorientation et évolution de la fraction des joints LAGBs, des macles d'extension et des joints HAGBs en fonction du temps de recuit de l'alliage Mg-0.3Ce déformé par ECAP jusqu'à : (a, d) 1 ECAP, (b, e) 2 ECAP et (c, f) 4 ECAP.

La Figure III.C.4 montre les figures de pôles $\{0002\}$ recalculées de l'alliage Mg-0.3Ce déformé par ECAP et recuit. Les principales composantes idéales de la texture ECAP pour les matériaux HCP sont montrées dans les figures pôles et leurs descriptions en angles d'Euler sont résumées dans le Tableau III.B.1. En gros, la texture de l'échantillon 1ECAP s'oscille avec l'augmentation du temps de recuit entre les fibres C₁ et B. Une nouvelle orientation appelée S (80°, 90°, 0°) est formée à partir du recuit à 60 min. Cette composant de texture S a été déjà observée dans l'alliage Mg-0.6Ce après ECAP à 350 °C jusqu'à 4 passes [1]. La Figure III.C.4 montre que la fibre B est formée

dans l'échantillon 2 ECAP pendant le recuit entre 5 et 30 min et se transforme progressivement en fibre P après 60 min de recuit, puis en fibre C_1 après 180 min. La texture de l'échantillon 4 ECAP est caractérisée par une fibre C_1 retenue et cette texture est stable pendant toute la durée du recuit.

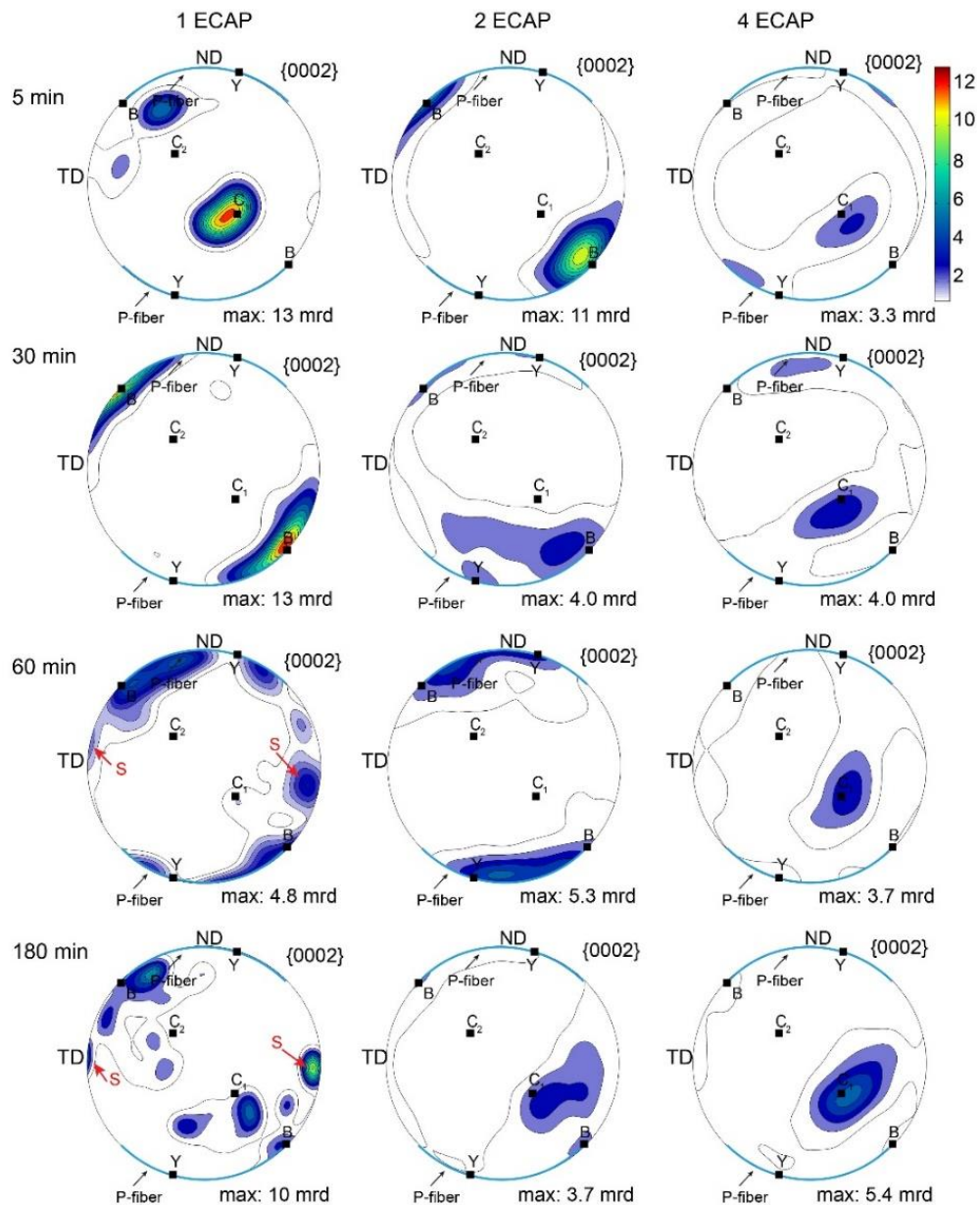


Figure III.C.4 : Evolution de la texture de l'alliage Mg-0.3Ce déformé par ECAP et recuit à 450 °C.

La Figure III.C.5 présente l'évolution de la micro dureté Vickers en fonction du temps de recuit de l'alliage Mg-0.3Ce déformé par ECAP et recuit à 450 °C. Les valeurs Hv de l'état brut de coulée et de l'état déformé de 1, 2 et 4 échantillons ECAP ont été ajoutées au graphique [1]. La valeur Hv de l'échantillon 1 ECAP est stable autour de 41

Hv lors du recuit pendant 5 à 60 min, puis diminue légèrement à $38,6 \pm 1 \text{Hv}$ après 180 min. Alors que la micro dureté des échantillons 2 et 4 ECAP diminue rapidement avec l'augmentation du temps de recuit pour atteindre une valeur similaire de $41,5 \pm 1,2 \text{Hv}$ à 180 min de recuit. La diminution de la micro dureté est une conséquence de l'apparition de phénomènes de recristallisation et de croissance des grains. Cependant, les valeurs de Hv de tous les échantillons sont toujours supérieures à la valeur initiale brut de coulée (37Hv).

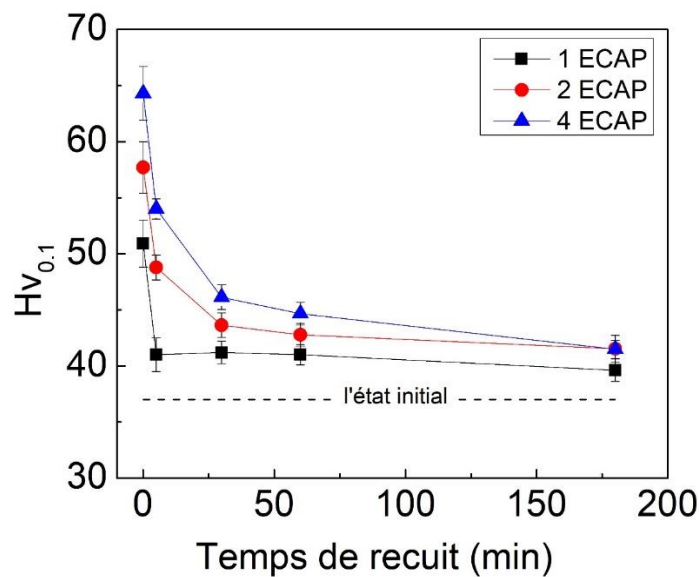


Figure III.C.5 : Evolution de la micro dureté Vickers en fonction du temps de recuit de l'alliage Mg-0.3Ce déformé par ECAP et recuit à $450 \text{ }^\circ\text{C}$.

III.C.1. Effet de la déformation ECAP sur la recristallisation statique et la croissance des grains

Les résultats de l'évolution de la microstructure et de la texture présentés dans cette étude ont démontré que l'homogénéité de l'alliage Mg-0.3Ce déformé par ECAP pendant le processus de recuit dépend fortement du nombre de passes ECAP, c'est-à-dire l'accumulation de la contrainte. Par conséquent, plusieurs paramètres peuvent influencer comme la taille initiale des grains, la distribution des secondes particules et la fraction volumique de la recristallisation dynamique.

La déformation équivalente, ε_{eq} , est exprimée en fonction du nombre de passes ECAP, N , de la manière suivante [1, 2] :

$$\varepsilon_{eq} = 0.98N \quad (1)$$

L'homogénéité de la microstructure et la stabilisation de la texture tout au long du temps de recuit augmentent avec le nombre de passages ECAP (déformation équivalente).

La Figure III.C.6 présente une zone plus grande montrant la microstructure de l'échantillon 1 ECAP recuit pendant 180 min dans lequel la microstructure est toujours hétérogène même après un long temps de recuit. La faible déformation entraîne une faible fraction de la recristallisation dynamique et une fraction volumique significative de gros grains non raffinés. Comme on le sait, les joints de grains sont des sites préférentiels de germination, et le nombre de site de germination disponibles est donc très faible pour l'échantillon 1 ECAP. De plus, la microstructure de l'état brut de coulée (avant déformation par ECAP) présente une très faible quantité de joints de grains (gros grains de ~ 1 mm) [1]. Ces conditions entraînent une diminution du taux de germination et, par conséquent, retardent la recristallisation statique et provoquent l'hétérogénéité de la microstructure, comme le montre les Figures III.C.1 et III.C.2.

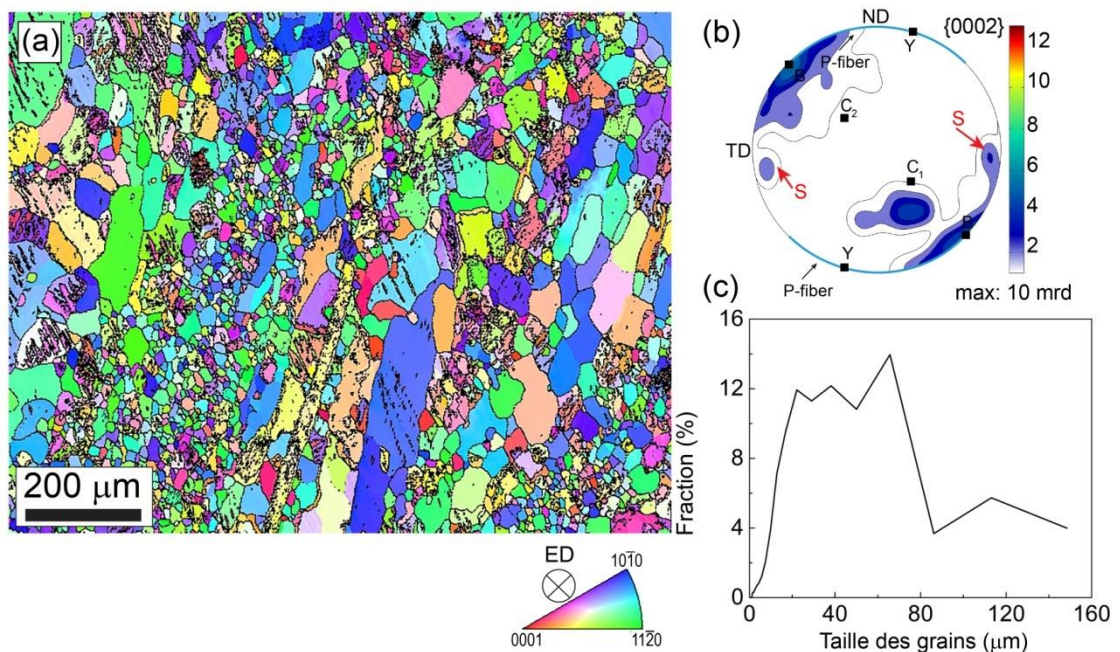


Figure III.C.6 : (a) Cartographie ED-IPF, (b) figure pôle $\{0002\}$ recalculée et (c) distribution de la taille des grains de l'échantillons 1 ECAP recuit pendant 180 min.

Les échantillons 2 et 4 ECAP ont été complètement recristallisés après un recuit de 30 min tandis que la recristallisation de l'échantillon 1 ECAP a été retardée à 60 min avec seulement 85 % de grains recristallisés.

La distribution des secondes particules affecte également le processus de recristallisation statique. La Figure III.C.7 montre la micrographie au microscope électronique à balayage (MEB) avec les analyses par spectroscopie de rayons X à

dispersion d'énergie (EDS) (points 1 et 2) des échantillons 1, 2 et 4 ECAP après un recuit de 30 min.

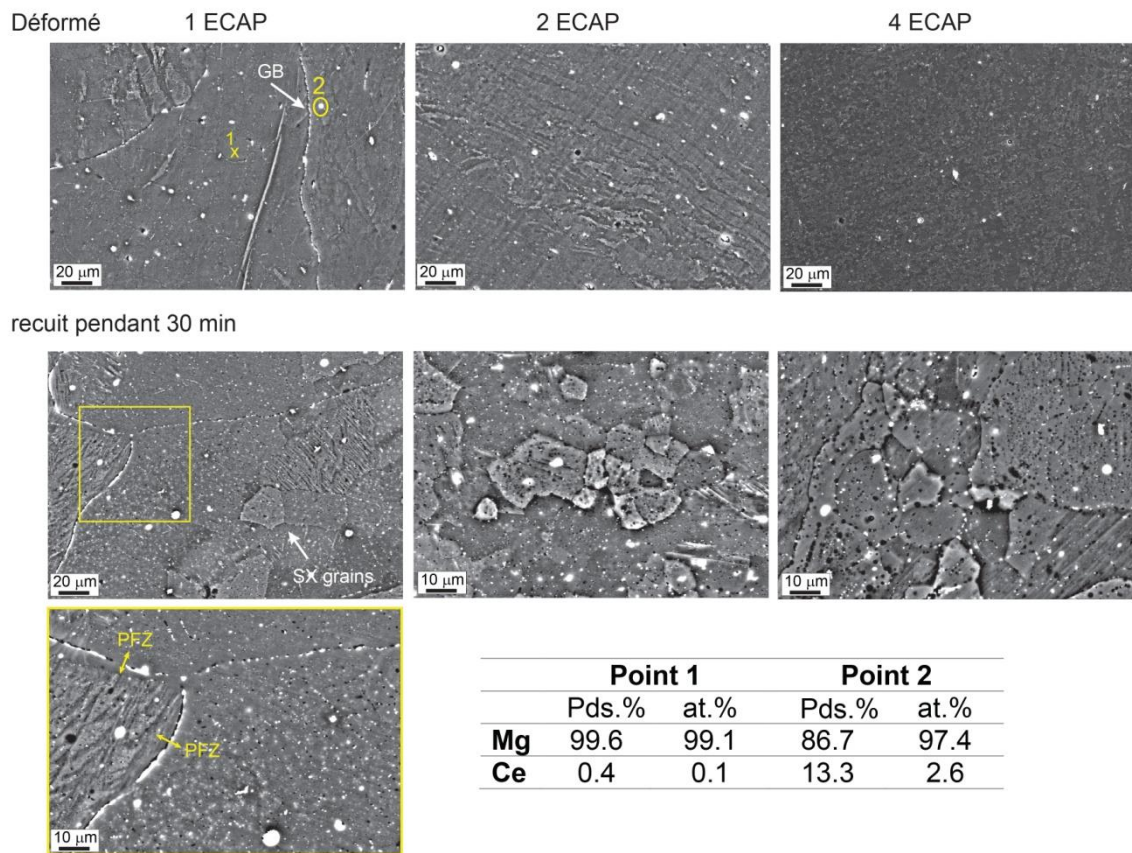


Figure III.C.7: Micrographies par MEB avec les analyses EDS (points 1 et 2) des échantillons 1, 2 et 4 ECAP après recuit pendant 30 min.

Il faut noter que l'état initial contient deux types de particules secondaires : de très petites particules sous forme de ligne et des particules individuelles ayant une morphologie globulaire [1]. La micrographie MEB (Figure III.C.7) montre que les joints de grains de l'échantillon 1 ECAP contiennent des particules secondaires qui limitent leurs migrations. On peut voir les phases secondaires pour 2 et 4 ECAP (points blancs). Les particules existent toujours le long des joints de grains dans l'échantillon 1 ECAP, même après un recuit de 30 min. Le zoom du rectangle jaune montre l'existence d'une zone PFZ qui a été déjà développée au cours de la déformation [1].

Les grains recristallisés statiquement contiennent des particules mais leurs joints de grains sont libres. Ces particules semblent limiter la croissance des grains de l'alliage Mg-0.3Ce par rapport à d'autres alliages à base de Mg dans des conditions similaires [3, 4, 5].

Les mécanismes responsables de l'évolution de la microstructure et de la texture dans les alliages Mg-RE ne sont pas complètement élucidés mais il est établi qu'ils sont fortement affectés par la concentration des éléments RE et leur solubilité limitée dans la matrice Mg [6, 7].

Il est intéressant de noter que les échantillons 2 et 4 ECAP ont une taille de grain et une valeur de micro dureté presque similaires, surtout au stade de la croissance du grain (recuit pendant 180 min). On peut supposer qu'il existe un seuil de déformation (une déformation critique de cisaillement) au-delà duquel l'évolution de la microstructure recristallisée est similaire. Dans le cas présent, cette déformation critique est $\varepsilon_{eq} = 1.96$ (2 ECAP). Néanmoins, cette suggestion n'est pas pertinente pour l'évolution de la texture. Comme on peut le voir sur la Figure III.C.4, les textures des échantillons 2 et 4 ECAP ont un comportement complètement différent pendant le recuit isotherme. La texture de l'échantillon 4 ECAP a été conservée tout au long de la recristallisation statique et de croissance des grains. Alors que la texture de l'échantillon 2 ECAP change complètement du stade de la recristallisation statique à celui de la croissance des grains. Cette différence est liée à la fraction de la recristallisation dynamique. Comme le montre la Figure III.C.2a, la fraction de la recristallisation dynamique pour les échantillons 2 et 4 ECAP est respectivement de ~ 15 et $\sim 55\%$. Il est bien connu que la texture est retenue pendant le recuit si la recristallisation dynamique s'est produite au cours du processus de déformation [8-9]. Dans ce cas, et sur la base de la théorie de la germination orientée, la formation et la croissance des nouveaux grains pendant le recuit ultérieur auront les mêmes orientations que les grains parents [10]. En cas d'absence de la recristallisation dynamique, la texture de recristallisation est généralement différente de celle de la déformation [11-12] et ceci est expliqué par la théorie de la croissance orientée [10]. Dans cette théorie, la stabilité d'une orientation dépend de la mobilité du joint de grain, ainsi certains grains avec des orientations spécifiques vont préférentiellement croître au détriment d'autres orientations [10].

La Figure III.C.8 représente les cartographies KAM [13] des échantillons 1, 2 et 4 ECAP recuits pendant 5 min. L'énergie stockée de l'échantillon 4 ECAP est plus faible en raison de l'apparition de la recristallisation dynamique au cours de la déformation ECAP. L'énergie stockée est pratiquement similaire pour les échantillons 1 et 2 ECAP. On s'attend donc à ce que les deux échantillons présentent le même comportement de recristallisation statique. Cependant, le comportement de recristallisation est complètement différent entre les deux échantillons.

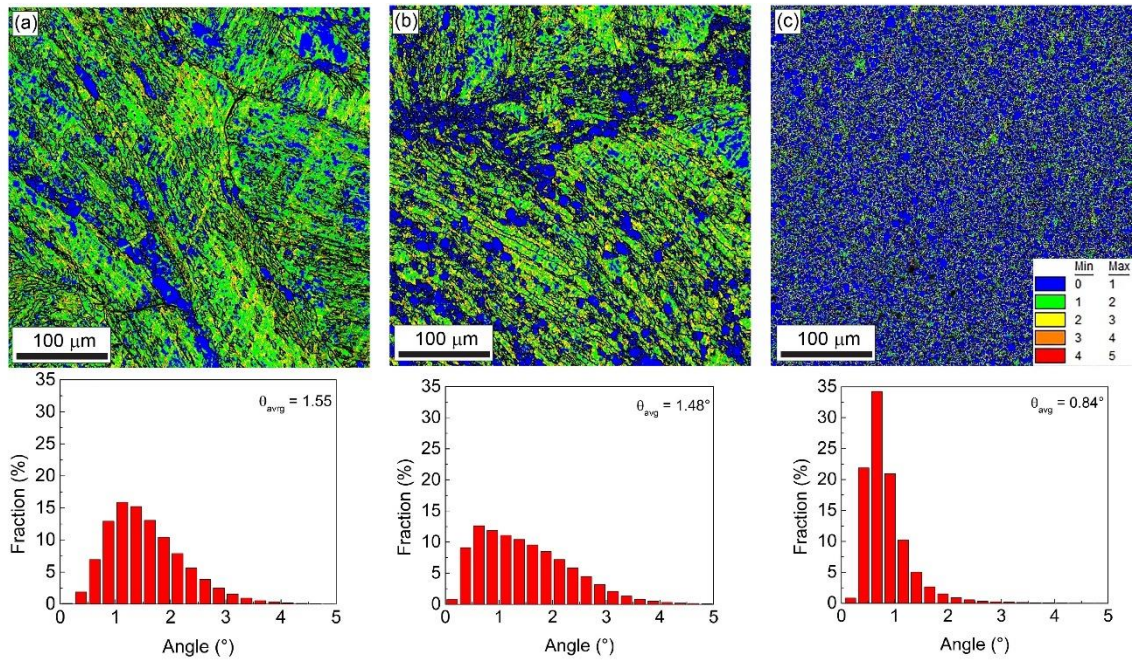


Figure III.C.8 : Cartographies KAM et leur désorientation correspondante aux échantillons recuits pendant 5 min : (a) 1 ECAP, (b) 2 ECAP et (c) 4 ECAP.

Afin de suivre la nature de l'énergie stockée dans les deux échantillons, la Figure III.C.9 représente les cartographies IPF, KAM, IQ avec la distribution des joints de grains et les macles d'extension des zones sélectionnées des échantillons 1 et 2 ECAP recuits pendant 5 min. Les fractions des joints VLAGBs ($1^\circ < \theta < 5^\circ$), LAGBs ($5^\circ < \theta < 15^\circ$), HAGBs ($15^\circ < \theta$) et les macles d'extension sont résumés dans le Tableau III.C.1.

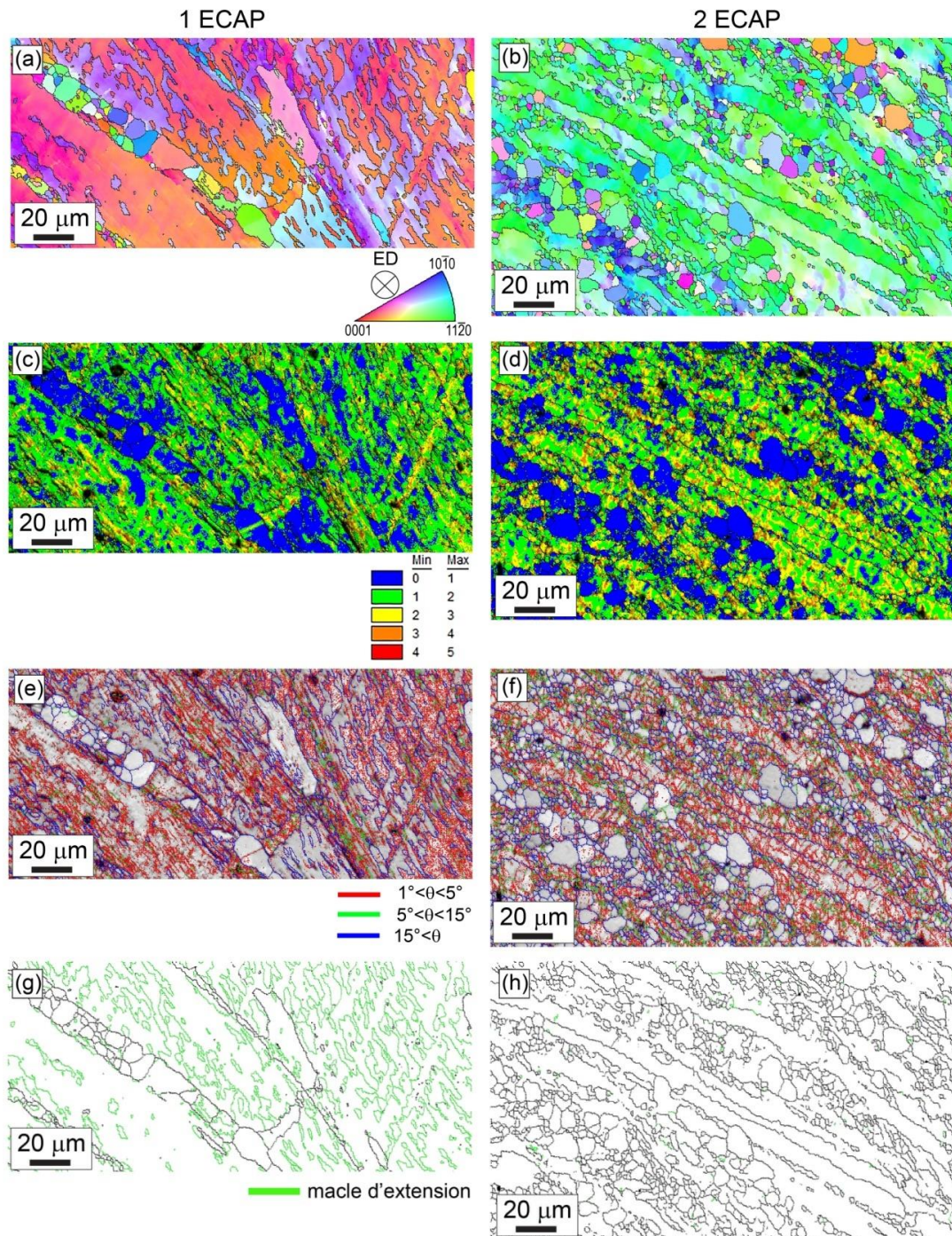


Figure III.C.9 : (a, b) IPF, (c, d) KAM, (e, f) IQ avec les types de joints de grains et (g, h) cartographie de macles d'extension de zones sélectionnées des échantillons 1 et 2 ECAP recuits pendant 5 min.

L'énergie stockée dans l'échantillon 1 ECAP semble provenir de la fraction élevée de macles d'extension. Il a été démontré précédemment que les macles d'extension n'étaient pas des sites préférentiels pour la recristallisation dynamique DRX [1] ni pendant la recristallisation statique puisque l'évolution de la microstructure en fonction du temps de recuit indique que les macles n'évoluent pas.

Tableau III.C.1. Fraction de VLAGBs, LAGBs, HAGBs et macles d'extension dans les échantillons 1 et 2 ECAP recuits pendant 5 min.

Echantillon	1°–5° (%)	5°–15° (%)	15°–180° (%)	Macles d'extension (%)
1 ECAP	70.5	5.0	24.5	18.8
2 ECAP	59.6	15.1	25.3	0.5

Les différentes formes de macles d'extension peuvent être observées dans la zone sélectionnée de l'échantillon 1 ECAP recuit pendant 180 min, comme le montre la Figure III.C.10. Plusieurs macles peuvent être trouvées à l'intérieur du même grain sous la forme de marches comme indiqué par la distance CD (Figure III.C.10d).

Un autre type de forme est la croissance et la coalescence de macles d'extension, comme indiqué par les flèches dans la Figure III.C.10a. Ces types de macles semblent commencer aux joints de grains et continuer à croître jusqu'à consommer le grain parent comme observé dans les grains G_1 et G_2 (Figures III.C.10a et III.C.10b) à cause de l'énergie stockée élevée résultant de l'interaction dislocation/macle. La migration et la croissance des macles d'extension est la raison principale de la modification de la texture de l'échantillon 1 ECAP pendant le recuit. En fait, il a été démontré par des observations EBSD quasi-in-situ que l'effet des macles d'extension sur la modification de la texture est plus important que l'orientation des noyaux [14].

Une observation intéressante peut être remarquée dans les Figures III.C.10b et c (rectangle noire) où le grain avec LAGBs est à l'intérieur d'un autre grain. Les deux grains ont la même orientation comme on peut le reconnaître sur la cartographie IPF (Figure III.C.10a). Le développement des grains sous forme de grains isolés est une caractéristique de la croissance anormale des grains [15, 16].

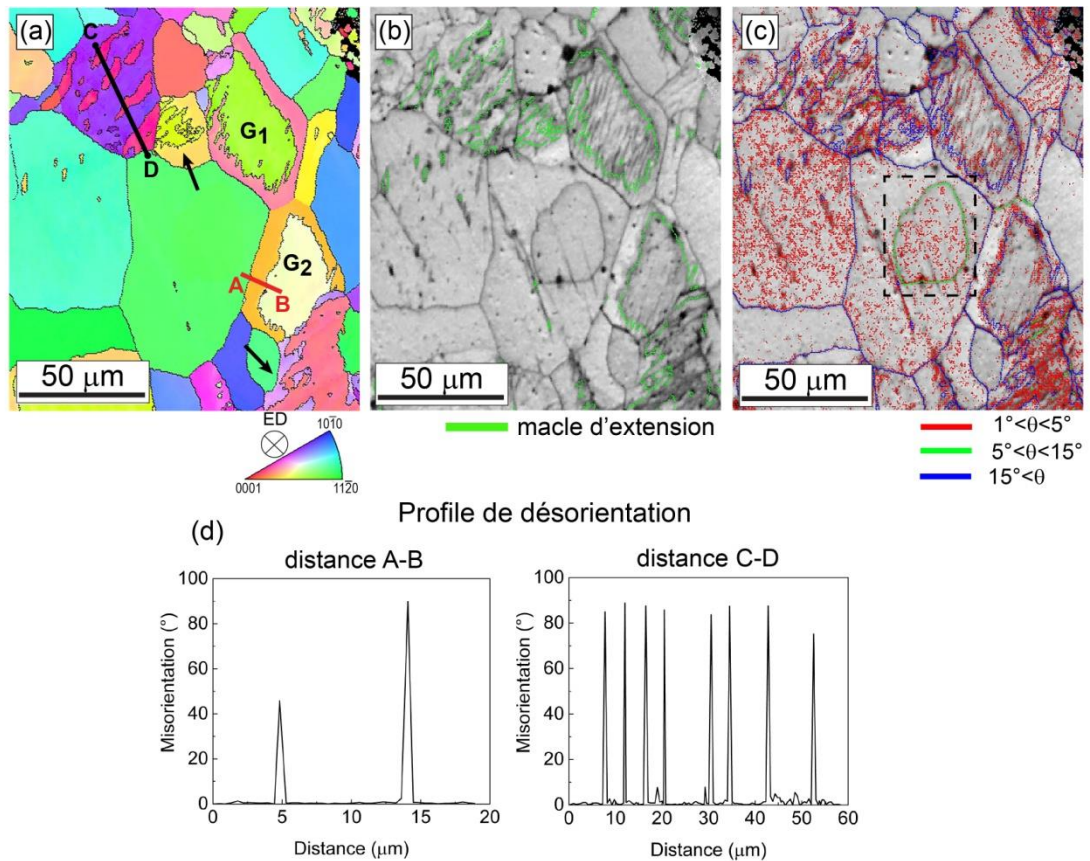


Figure III.C.10 : Zone sélectionnée de l'échantillon 1ECAP recuit pendant 180 min montrant différentes formes de macles. (a) ED-IPF, (b) IQ avec les macles d'extension, (c) IQ avec les types de joints de grains (VLGBs, LAGBs et HAGBs) et (d) Profils de désorientation des distances AB et BC indiqués dans la cartographie ED-IPF.

De toute évidence, l'énergie stockée dans l'échantillon 2 ECAP ne provient pas des macles d'extension puisqu'une très faible fraction a été détectée (0.5%) (Tableau III.C.1). En revanche, l'échantillon 2 ECAP contient une fraction significative de sous-joints LAGBs (15.1%) comparé à l'échantillon 1 ECAP (5.0%). La présence des sous-joints indique la dominance du processus de restauration [17]. Les résultats ont montré que la présence de LAGBs assure une évolution homogène de la microstructure avec un temps de recuit supplémentaire.

La texture est instable pour les échantillons 1 et 2 ECAP (ayant une énergie stockée élevée) et conservée pour l'échantillon 4 ECAP (ayant une énergie stockée faible). Ceci est en accord avec l'hypothèse selon laquelle la possibilité de recristallisation de noyaux avec une variété d'orientations peut augmenter avec l'augmentation de l'énergie stockée [18]. Habituellement, le développement de la fibre B au cours de la déformation ECAP des alliages à base de Mg entraîne une détérioration de la limite d'élasticité et une mauvaise ductilité [19, 20]. Par conséquent, la modification de la texture pendant le

traitement de recuit pourrait être bénéfique pour améliorer les propriétés mécaniques de l'alliage Mg-0.3Ce.

III.C.2. Effet de la fraction de DRX sur les mécanismes de recristallisation statique

La quantité de la recristallisation dynamique affecte largement l'évolution de la microstructure et les mécanismes de texture responsables de la recristallisation statique et de la croissance des grains. Pour l'échantillon 1 ECAP où la recristallisation dynamique était absente, deux principaux mécanismes de recristallisation statique ont été détectés après un recuit de 30 min, comme le montre la Figure III.C.11. Le premier mécanisme est le développement des sous-grains (recristallisation continue), comme le montre respectivement les zones 1 et 2. Le grain recristallisé (G1) est formé par l'accumulation de dislocations à l'intérieur du grain et se transforme progressivement en LAGB puis en HAGB avec l'augmentation du temps de recuit [21]. Le deuxième mécanisme est PSN, comme illustré dans les zones 2 et 3. La présence de gros particules, comme le montre la Figure III.C.7, empêche le mouvement des dislocations ce qui conduit à leur accumulation autour de ces particules, progressivement transformées en LAGB et finalement en nouveaux grains [22]. Il est à noter que les mécanismes PSN et TDRX sont les principaux mécanismes de la recristallisation dynamique dans l'échantillon 1 ECAP à 300 °C [1]. Les figures de pôle {0002} correspondantes montrent que les orientations des grains recristallisés des deux mécanismes étaient différentes des grains parents déformés. Ceci explique l'instabilité et la modification de la texture de l'échantillon 1 ECAP en fonction du temps de recuit (Figure III.C.4).

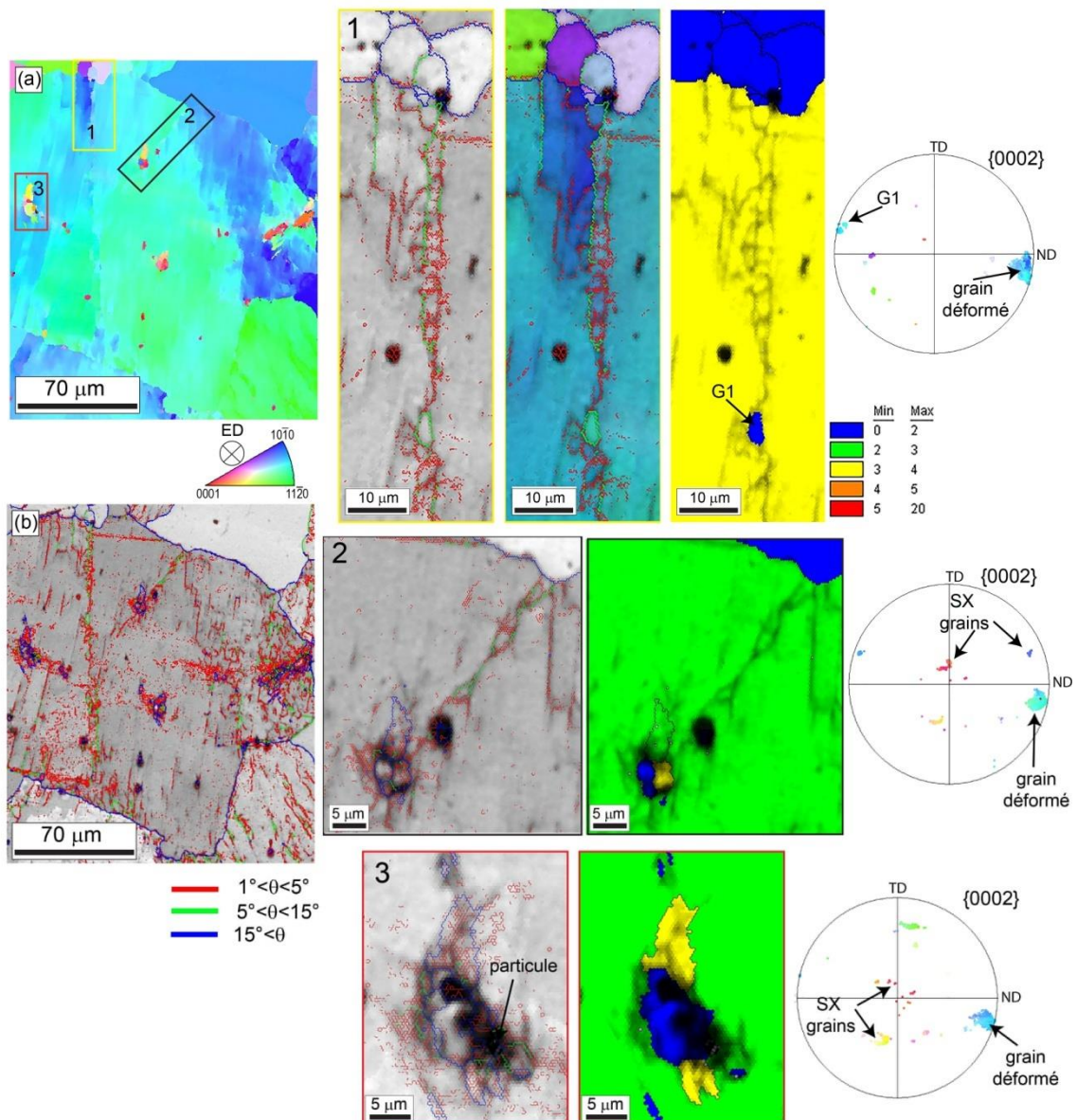


Figure III.C.11 : (a) cartographie IPF et (b) IQ mise avec les types de joints de grains (VLAGBs, LAGBs et HAGBs) des zones intéressantes de l'échantillon 1 ECAP recuit pendant 30 min. Différents mécanismes de recristallisation statique sont observés dans cet échantillon : Zone 1 : Mécanisme sous-grains, Zone 2 : Mécanismes sous-grains et PSN et Zone 3 : Mécanisme PSN.

Dans le cas de l'échantillon 2 ECAP où la recristallisation dynamique est limitée (15%), la recristallisation statique semble commencer dans les bandes de cisaillement pendant le recuit pendant 5 min comme le montre la Figure III.C.12. Les grains recristallisés dans la bande de cisaillement développent une fibre C_1 en plus de la fibre B. Il est bien connu que la germination dans les bandes de cisaillement conduit à la formation de grains avec des orientations variées [23, 24]. Une inspection minutieuse de la microstructure de l'échantillon 2 ECAP après un recuit de 60 min (Figure III.C.1) montre

que certaines traces de cisaillement peuvent encore être observées. L'évolution de la texture de l'échantillon 2 ECAP après 180 min (Figure III.C.4) a démontré que les grains avec une fibre C_1 se développent de préférence après un long traitement de recuit (étape de croissance du grain).

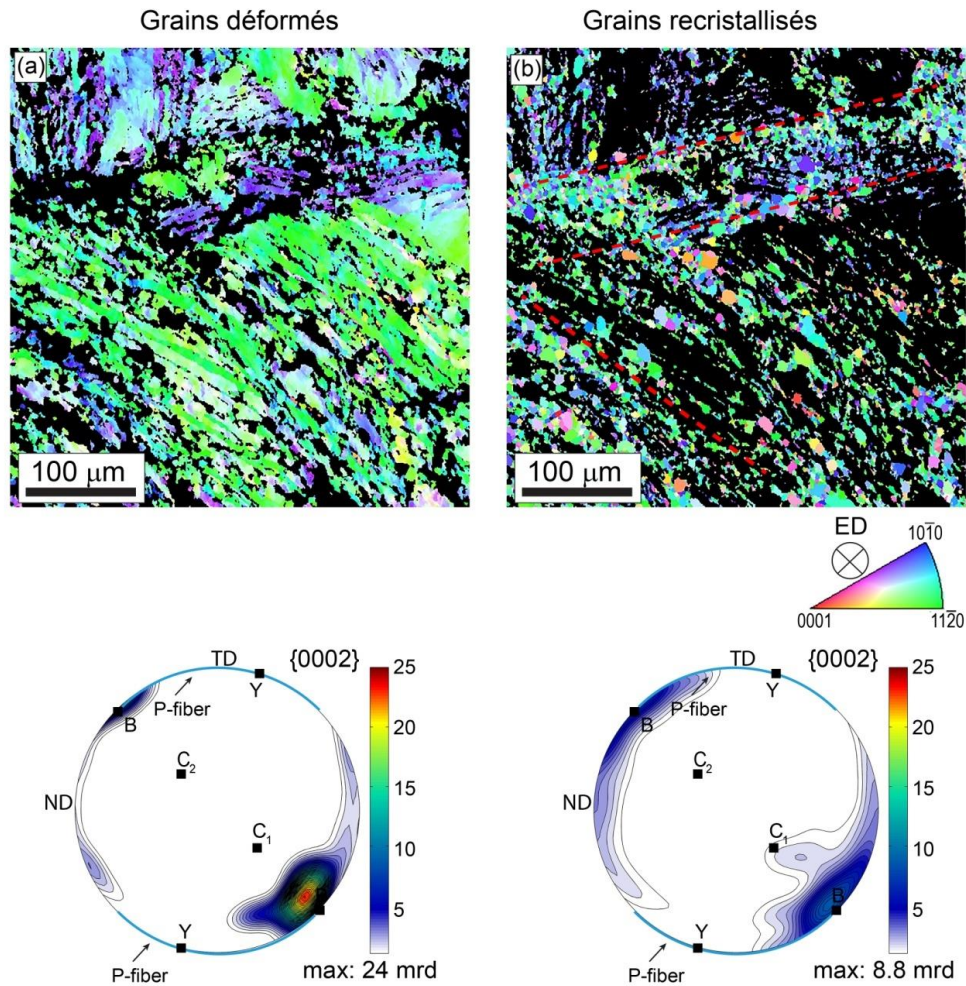


Figure III.C.12 : (a) Grains déformés et (b) grains recristallisés et leur figures pôle $\{0002\}$ recalculée de l'échantillon 2 ECAP recuit pendant 5 min.

Références

- [1] Sadi, S., Hanna, A., Azzeddine, H., Casas, C., Baudin, T., Helbert, A. L., ... & Cabrera, J. M. (2021). Characterization of microstructure and texture of binary Mg-Ce alloy processed by equal channel angular pressing. *Materials Characterization*, 181, 111454.
- [2] Iwahashi, Y., Horita, Z., Nemoto, M., Wang, J., & Langdon, T. G. (1996). Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials. *Scripta materialia*, 35(2).
- [3] Guerza-Soualah, F., Hanna, A., Azzeddine, H., Helbert, A. L., Brisset, F., Baudin, T., & Bradai, D. (2020). The deformation and recrystallization behaviour of an Mg-Dy alloy processed by plane strain compression. *Materials Today Communications*, 24, 101239.
- [4] Biswas, S., Singh, D. S., Beausir, B., Toth, L. S., & Suwas, S. (2015). Thermal response on the microstructure and texture of ECAP and cold-rolled pure magnesium. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 46, 2598-2613.
- [5] Abdessameud, S., Azzeddine, H., Alili, B., & Bradai, D. (2010). Grain growth in AZ31 alloy after uniaxial compression. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 20(12), 2215-2222.
- [6] Imandoust, A., Barrett, C. D., Al-Samman, T., Inal, K. A., & El Kadiri, H. (2017). A review on the effect of rare-earth elements on texture evolution during processing of magnesium alloys. *Journal of materials science*, 52, 1-29.
- [7] Stanford, N. (2010). Micro-alloying Mg with Y, Ce, Gd and La for texture modification—A comparative study. *Materials Science and Engineering: A*, 527(10-11), 2669-2677.
- [8] Bhattacharyya, J. J., Agnew, S. R., & Muralidharan, G. (2015). Texture enhancement during grain growth of magnesium alloy AZ31B. *Acta Materialia*, 86, 80-94.
- [9] Azzeddine, H., & Bradai, D. (2012). On the texture and grain growth in hot-deformed and annealed WE54 alloy. *International journal of materials research*, 103(11), 1351-1360.
- [10] Doherty, R. D. (1985). Nucleation and growth kinetics of different recrystallization texture components. *Scripta metallurgica*, 19(8), 927-930.
- [11] Tighiouaret, S., Hanna, A., Azzeddine, H., Rabahi, L., Dakhouche, A., Brisset, F., ... & Bradai, D. (2021). On the evolution of microstructure, texture and corrosion behavior of a hot-rolled and annealed AZ31 alloy. *Materials Chemistry and Physics*, 267, 124598.

- [12] Tighiouaret, S., Lachhab, R., Hanna, A., Azzeddine, H., Huang, Y., Baudin, T., ... & Langdon, T. G. (2019). Thermal Stability of an Mg–Nd Alloy Processed by High-Pressure Torsion. *Advanced Engineering Materials*, 21(12), 1900801.
- [13] Betanda, Y. A., Helbert, A. L., Brisset, F., Mathon, M. H., Waeckerlé, T., & Baudin, T. (2014). Measurement of stored energy in Fe–48% Ni alloys strongly cold-rolled using three approaches: Neutron diffraction, Dillamore and KAM approaches. *Materials Science and Engineering: A*, 614, 193-198.
- [14] Zhao, L. Y., Yan, H., Chen, R. S., & Han, E. H. (2020). Quasi-in-situ observations of low-angle grain boundaries, twins and texture evolution during continuous annealing in a cold-rolled Mg-Zn-Gd alloy. *Materials Characterization*, 170, 110697.
- [15] Victoria-Hernández, J., Suh, J., Yi, S., Bohlen, J., Volk, W., & Letzig, D. (2016). Strain-induced selective grain growth in AZ31 Mg alloy sheet deformed by equal channel angular pressing. *Materials Characterization*, 113, 98-107.
- [16] Dennis, J., Bate, P. S., & Humphreys, J. F. (2007). Abnormal grain growth in metals. In *Materials Science Forum* (Vol. 558, pp. 717-722). Trans Tech Publications Ltd.
- [17] Fatemi, S. M., & Paul, H. (2021). Characterization of continuous dynamic recrystallization in WE43 magnesium alloy. *Materials Chemistry and Physics*, 257, 123726.
- [18] Jung, I. H., Sanjari, M., Kim, J., & Yue, S. (2015). Role of RE in the deformation and recrystallization of Mg alloy and a new alloy design concept for Mg–RE alloys. *Scripta Materialia*, 102, 1-6.
- [19] Ma, Y., Han, F. Y., Liu, C., & Li, M. Z. (2020). Microstructure, texture evolution, and mechanical properties of ECAP-processed ZAT522 magnesium alloy. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 33, 233-242.
- [20] Janeček, M., Yi, S., Král, R., Vratna, J., & Kainer, K. U. (2010). Texture and microstructure evolution in ultrafine-grained AZ31 processed by EX-ECAP. *Journal of materials science*, 45, 4665-4671.
- [21] Xie, C., He, J. M., Zhu, B. W., Liu, X., Zhang, J., Wang, X. F., ... & Fang, Q. H. (2018). Transition of dynamic recrystallization mechanisms of as-cast AZ31 Mg alloys during hot compression. *International Journal of Plasticity*, 111, 211-233.
- [22] Humphreys, F. J., & Hatherly, M. (2004). Recrystallization of two-phase alloys. *Recrystallization and related annealing phenomena*, 285-319.
- [23] Basu, I., Al-Samman, T., & Gottstein, G. (2013). Shear band-related recrystallization and grain growth in two rolled magnesium-rare earth alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 579, 50-56.

[24] Singh, C., Narayan, R. L., & Jain, J. (2021). Influence of simultaneous alloying with Ca and Sc on the high temperature deformation mechanism, texture, and recrystallization behavior of Mg-Ca-Sc alloys. *Materials Characterization*, 179, 111343.

Conclusion générale

Conclusion générale

La cinétique de recristallisation statique et de croissance des grains de l'alliage AZ31 a été évaluée après un laminage à chaud à 350 °C et une réduction d'épaisseur de 70 % suivi d'un recuit à 150, 250 et 350 °C de 5 min à 24h. Les principaux résultats sont :

- La recristallisation statique a été décrite à l'aide du modèle JMAK et deux régimes ont été déterminés. Dans le premier régime, l'exposant d'Avrami est compris entre 1.5-0.35 dépendant de la température de recuit et l'énergie d'activation de la recristallisation trouvée est de 74.1 ± 5.7 kJ/mol. Dans le deuxième régime, l'exposant d'Avrami entre 0.1- 0.2 a été trouvée dans toutes les conditions de recuit et une très faible énergie d'activation de recristallisation de 14.8 ± 0.7 kJ/mol a été trouvée.
- La cinétique de croissance des grains suit bien l'équation générale $D^m - D_0^m = ct$, avec $m = 7.9, 9.5$ et 10.3 respectivement aux températures 150, 250 et 350 °C. L'énergie d'activation de la croissance des grains a été trouvée égale à 109 ± 0.2 kJ/mol.

L'alliage Mg-0.3Ce a été déformé avec succès par ECAP à 300 et 350 °C jusqu'à 4 passes en utilisant la route Bc. L'évolution de la microstructure, de la texture et des propriétés mécaniques a été étudiée par EBSD et par micro dureté Vickers. Les résultats ont montré que :

- Un affinement significatif des grains a été obtenu après 4 ECAP grâce à la recristallisation dynamique ou la taille initiale des grains diminue de 1 mm jusqu'à respectivement 6.7 et 8.3 μm après 4 ECAP à 300 et 350 °C.
- La recristallisation dynamique se produit via les mécanismes TDRX et PSN. Avec l'augmentation de la déformation, les mécanismes SD et GBDRX dominent. La micro dureté augmente avec l'augmentation du nombre de passes et la diminution de la température de déformation.

Par la suite, la recristallisation statique et de croissance des grains de l'alliage Mg-0.3Ce a été étudiée après ECAP à 300 °C pour $N = 1, 2$ et 4 passes suivi d'un traitement de recuit isotherme à 450 °C pendant 5, 30, 60 et 180 min. Les principales conclusions sont les suivantes :

- Dans l'échantillon faiblement déformé (1 ECAP), la microstructure est exceptionnellement hétérogène et la texture change avec l'augmentation du temps de recuit en raison de l'absence de sites de germination de

recristallisation, la microstructure initiale (gros grains) et de l'effet des particules le long des joints de grains.

- Dans l'échantillon moyennement déformé (2 ECAP), la microstructure est homogène, mais la texture est instable, principalement en raison de la recrystallisation dynamique limitée a cours de la déformation par ECAP, ce qui a entraîné une croissance préférentielle des grains.
- Dans l'échantillon fortement déformation (4 ECAP), la microstructure est homogène et la texture est retenue durant toute la durée du recuit en raison de la domination de la recrystallisation dynamique.

ملخص

تستخدم سبائك المغنيسيوم الممزوجة بـ Al و Zn والأتربة النادرة بشكل عام كمواد هيكلية في صناعة السيارات والطائرات نظرا لوزنها المنخفض وصلابتها النوعية الممتازة، تتطلب هذه السبائك تشكيلا معيناً عن طريق التشوه البلاستيكي الذي يولد عيوباً ويتطلب معالجة التلدين من أجل استقرار البنية المجهرية. يتكون العمل بشكل أساسي من جزأين هما:

- ✓ دراسة حركية إعادة بلورة سبيكة AZ31 بعد التشوه بالدرفلة على الساخن
 - ✓ دراسة التشوه والثبات الحراري في سبيكة (Mg-0.3Ce % بالوزن) بعد التشوه المفرط بواسطة ECAP.
- لهذا الغرض، تم استخدام نموذج Johnson-Mehl-Avrami Kolmogorov (JMAK) لتقييم حركية إعادة التبلور الثابتة في سبيكة AZ31. تمت مناقشة تطورات البنية المجهرية والملمس بعد التشوه وإعادة التبلور لسبائك AZ31 و Mg-0.3Ce على أساس آليات إعادة التبلور الديناميكي المختلفة، مثل الإنبات المتقطع والمستمر والمحفز بالجسيمات والإنبات الناجم عن التوأم.

كلمات المفتاحية: سبائك المغنيسيوم، التشوه البلاستيكي، تلمين، إعادة التبلور

Résumé:

Les alliages à base de magnésium alliés à l'Al, au Zn et aux terres rares sont généralement utilisés comme matériaux de structure en industrie automobile et aéronautique due à leur faible poids et excellente dureté spécifique. Ces alliages nécessitent une certaine mise en forme par déformation plastique qui engendre des défauts et qui nécessite un traitement de recuit afin de stabiliser la microstructure. Les travaux ont consisté essentiellement en 2 parties qui sont :

- ✓ Etude de la cinétique de recristallisation de l'alliage AZ31 après déformation par laminage à chaud
- ✓ Etude de la déformation et la stabilité thermique dans l'alliage Mg-0.3Ce (% en pds) après hyper déformation par ECAP.

Pour cela, le modèle de Johnson-Mehl-Avrami Kolmogorov (JMAK) a été utilisé pour évaluer la cinétique de recristallisation statique dans l'alliage AZ31. Les évolutions de la microstructure et texture après déformation et recristallisation des alliages AZ31 et Mg-0.3Ce ont été discutées sur la base des différents mécanismes de recristallisation dynamique, comme les mécanismes discontinue, continue, germination stimulée par les particules et germination induite par maillage.

Mots clés : Alliages de magnésium, déformation plastique, recuit, recristallisation.