

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

UNIVERSITE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE HOUARI
BOUMEDIENE

FACULTE DE PHYSIQUE



THESE

Présentée pour l'obtention du diplôme

En : PHYSIQUE

Spécialité : Physique des Matériaux

Par : M. Yousf Islem BOUREZG

Sujet:

**Contribution à l'étude d'alliages Mg-RE (magnésium-Terres rares) après
hyper déformation ; analyse de la texture et microstructure**

Soutenue publiquement, le 21/12/2017, devant le Jury composé de :

Mme. SAIDI-AMROUN	Nadia	Professeur à l'USTHB	Présidente
M. BRADAI	Djamel	Professeur à l'USTHB	Directeur de thèse
M. KECHOUANE	Mohamed	Professeur à l'USTHB	Examineur
M. BOUABDALLAH	Mabrouk	Professeur à l'ENP	Examineur
M. BOUMERZOUG	Zakaria	Professeur à l'U.BISKRA	Examineur
M. BENREKAA	Nasser	Professeur à l'USTHB	Examineur

Remerciements

Remerciements

Avant tout, je remercie ALLAH tout puissant qui m'a donné et m'a orienté vers la bonne voie.

Le présent travail a été effectué au sein de l'équipe « Transformation de phases, Texture et Microstructure » du Laboratoire Physique des Matériaux de la Faculté de Physique à l'Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene, USTHB.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance au directeur de thèse le Professeur Djamel BRADAI, pour son aide immense, pour son soutien, pour sa confiance partagée, pour ces belles remarques et toutes les connaissances qu'il m'a transmises.

Je tiens à remercier Melle Dr. Hiba AZZEDDINE Maître de Conférence (HDR) à l'Université de M'sila, co-promotrice de cette thèse, pour m'a voir initiée aux multiples disciplines entamées dans ce travail, pour ses orientations, ses remarques, ses conseils précieux, pour l'aide et le temps qu'elle m'a apporté tout au long de ce travail.

Mes sincères remerciements également à Melle Pr. Baya ALILI pour son encouragement, sa disponibilité et sa gentillesse.

Je remercie le Pr. Nadia. SAIDI-AMROUN de l'USTHB qui m'a fait l'honneur de présider ce travail.

Je tiens également à remercier le Pr. Mohamed KECHOUANE de l'USTHB de faire partie de jury ce travail.

Mes sincères remerciements vont au Pr. Mabrouk BOUABDALLAH de l'Ecole Nationale Polytechnique d'El-Harrach d'avoir accepté d'examiner ce travail.

Mes sincères remerciements vont également au Professeur Zakaria BOUMERZOUG de l'Université de Biskra qui a accepté d'examiner mon travail.

Je remercié également le Pr. Nasser BENREKAA de l'USTHB d'avoir accepté d'examiner ce travail.

Mes vifs remerciements au Dr. Talal Al-Samman du l'Institut IMM (Aachen-Allemagne) pour nous avoir fourni les alliages Mg-TR et son aide lors de mon séjour de stage au sein de l'Institut IMM.

Je tiens à remercier le Pr. T.G. LANGDON et la Dr. Yi HUANG de la Faculté d'Ingénieur et d'Environnement, Université de Southampton- Angleterre pour avoir accepté à la réalisation de l'hyper déformation par HPT de nos échantillons.

Je remercie également le Dr. Thierry BAUDIN et son équipe de l'Université Paris Sud-France pour leur aide en réalisant les analyses de la Macrotecture et pour leur fructueuse collaboration.

On n'oublie jamais à remercier le Pr. J.M. CABRERA et son équipe notamment Jairo BALANOS-MUNOZ et Jessica CALVO de l'Université de Cataluna-Barcelone-Espagne pour leur aide durant mon stage pour l'analyse thermique par DSC.

Mes remerciements s'adressent également aussi au Dominique THIAUDIERE du Synchrotron SOLEIL, L'Orme des Merisiers, Saint-Aubin-France pour son aide à l'analyse de Diffraction des Rayons X en haute énergie.

Mes vifs remerciements vont aussi à tous mes collègues de l'équipe Transformation de Phases, Texture et Microstructure, Khadidja, Djazia, Abd El Yazid, Walid, Brahim, Kamel, Fayçal, Yacine, Saadia, Siham, Ahmed et Fairouze pour leur aide et leur encouragement ainsi que ceux qui ont fait partie de loin ou de près tout au long de ce travail.

Enfin, je dédie ce travail à mes parents, mon frère, mes sœurs et toute la famille notamment les cousins Abdelbasset et Mounir pour leur soutien pendant toutes mes études.

Glossaire

Glossaire

ARB	Accumulative Roll-Bonding (Soudage par Colaminage)
ASTM	American Society for Testing Materials
CARB	Cross Accumulative Roll Bonding (Soudage par Colaminage Croisé)
CEC	Cyclic Extrusion and Compression
CCDF	Cyclic Closed Die Forging
CDRX	Continuous Dynamic Recrystallization (Recristallisation Dynamique Continue)
HPT	High Pressure torsion (Torsion à Haute pression)
CRSS	Critical Resolved Shear Stress
DDRX	Discontinuous Dynamic Recrystallization (Recristallisation dynamique discontinue)
DDW	Dense Dislocation Walls (Murs Denses de Dislocations)
DL	Direction de Laminage (ou RD)
DN	Direction Normale
DSC	Differential Scanning Calorimetry (Analyse Calorimétrique Différentielle)
DT	Direction Transversale
DTN	Deformation Twinning Nucleation (Germination par déformation de maillage)
ECAP	Equal Channel Angular Pressing (Extrusion Coudée à Aires Egales)
ED	Direction d'Extrusion
TE	Torsion Extrusion (Extrusion par torsion)
GBN	Grain Boundary Nucleation (Germination aux Joints de Grain)
GP	Guinier-Preston zones (Zones GP)
GBS	Grain Boundary Sliding (Glissement de joints de grains)
HAADF-STEM	High Angle Annular Dark Field Scanning Transmission Electron Microscopy (Microscopie électronique en transmission-balayage par champ noir à grand angle annulaire)
HAGB	High Angle Grain Boundray (Joint de Grain à Grande Angle)
HPT	High Pressure Torsion (Torsion sous Haute Pression)
IPF	Inverse Pole Figure (Figure de Pôle Inverse)
JMA	Johnson-Mehl-Avrami
LAGB	Low Angle Grain Boundaray (Joint de Grain à Faible Angle)
MRD	Multiples of a Random Distribution (Multiples de distributions aléatoires)

ODF	Orientation Density Function (Fonction de Distribution des Orientations Cristallines)
PSC	Plane-Strain Compression (Compression Plane)
PF	Pole figure (Figure de Pôles)
PSN	Particles-Stimulated Nucleation (Germination Stimulée par les Particules)
RE	Rare Earth (Terre Rares)
RSS	Resolved Shear Stress (contrainte de cisaillement résolue)
SBN	Shear Band Nucleation (Germination aux Bandes de Cisaillement)
SBM	Sub-Grain Boundary Migration (Germination par la Migration des sous- Joints de Grain)
SPD	Severe Plastic Deformation (Déformation Plastique Sévère)
SRX	Static Recrystallization (Recristallisation Stastique)
SSMR	Super Short Multi Pass Rolling (lamiage par muti-passes très courtes)
STS	Severe Torsion Straining (Contrainte par torsion severe)
UFG	Ultra Fine Grain (Grain Ultra Fin)
XAS	X-Ray Absorption Spectroscopy (Analyse par Spectroscopie d'Absorption des Rayons X)
XANES	X-Ray Absorption Near Edge Structure (Analyse par Spectroscopie d'Absorption des Rayons X Près de Bord)
EXAFS	Extended X-Ray Absorption Fine Structure (Spectroscopie étendue d'Absorption des Rayons X à Structure Fine).

TABLE DE MATIERES

Glossaire

Listes des figures et tableaux

Introduction générale	2
Chapitre I : Considérations générales et aspects théoriques	5
Partie A : Procédés d'hyper déformation et mécanismes de déformation des matériaux et alliages à structure hexagonale.....	6
Introduction	7
I.A.1 Les différentes techniques de déformation plastique conventionnelle	7
I.A.2 Les différentes techniques de déformation sévère	9
I.A.3 Evolution de la microdureté après HPT	15
I.A.4 Etat de l'art sur le magnésium et ses alliages hyper déformés	17
I.A.5 Modes de déformation plastique dans les matériaux hexagonaux	19
I.A.6 Les différents facteurs influent sur l'activation de mécanismes de déformation dans les matériaux hexagonaux.....	24
Partie B : Notions fondamentales sur la texture cristallographique dans les matériaux hexagonaux.....	27
Introduction	28
I.B.1 Représentation de l'orientation cristallographique des cristallites d'un matériau hexagonal	28
I.B.2 Relation entre les indices de Miller-Bravais et les angles d'Euler	32
I.B.3 Représentation de la texture dans le matériau hexagonal	33
I.B.3.3 Fonction de distribution des orientations cristallines	35
I.B.4 Texture de déformation et recristallisation des matériaux hexagonaux	38
Partie C : Evolution microstructurale et phénomène de la recristallisation et de la précipitation lors et après hyper déformation plastique	42
Introduction	43
I.C.1 Microstructure des alliages déformés plastiquement	43
I.C.2 Phénomène de recristallisation et restauration	45
I.C.3 Croissance des grains	49
I.C.4 Mécanismes de recristallisation	50
I.C.5 Phénomène de précipitation	54
I.C.6 Séquence de précipitation dans les systèmes binaires Mg-Nd et Mg-Ce	54
Partie D : Considérations théoriques sur la spectroscopie d'absorption (XAS, EXAFS)	58

Introduction	59
I.D.1 Physique de la spectroscopie d'absorption des rayons X (XAS)	59
I.D.2 Description théorique de l'EXAFS	60
I.D.3 Analyse des résultats expérimentaux	61
Partie E : Caractéristiques du magnésium en général et ses alliages de Terres rares en particulier.....	63
Introduction	64
I.E.1 Caractéristiques de magnésium	64
I.E.2 Les éléments d'addition au magnésium	64
I.E.3 L'influence des éléments terres rares sur le magnésium et ses alliages	66
I.E.4 L'influence des éléments non terres rares sur le le magnésium et ses alliages.....	67
Chapitre II : Techniques expérimentales.....	68
II.1 Présentation des alliages étudiés	69
II.2 Déformation plastique sévère par HPT	69
II.3 Préparation des échantillons pour caractériser la microstructure et macrotexture.....	71
II.4 Techniques de caractérisation (DRX, DSC, EXAFS, Synchrotron, Hv).....	71
III A : Caractérisation de l'alliage Mg-TR (TR= Nd et Ce) à l'état initial et hyper déformé.....	76
Introduction	77
III.A.1 Microstructure et texture cristallographique de l'alliage Mg-TR (TR= Nd et Ce) à l'état initial	77
III.A.2 Texture de déformation de l'alliage Mg-TR (TR= Nd et Ce)	80
III.A.3 Evolution de la microdureté de l'alliage Mg-TR (TR= Nd et Ce) hyper déformé par HPT	88
III B : Analyse par DSC de la recristallisation de l'alliage Mg-TR (TR= Nd et Ce) après HPT.....	90
Introduction	91
III.B.1 Présentation des thermogrammes DSC des alliages Mg-Nd et Mg-Ce pour différentes tours et vitesses de chauffage	91
III.B.2 Evaluation de l'énergie d'activation de la recristallisation des alliages Mg-Nd et Mg-Ce	98
III.B.3 Analyse de la cinétique de recristallisation et évolution de l'énergie stockée des alliages Mg-Nd et Mg-Ce	105

III C : Séquence et cinétique de précipitation de l'alliage Mg-TR (Nd et Ce) lors du traitement de revenu.....	111
Introduction	112
III.C.1 Séquence de précipitation de l'alliage Mg-Nd avant et après HPT lors de traitement de revenu	112
III.C.2 Evaluation de l'énergie d'activation pour les phases β''' , $\beta_1\text{-Mg}_3\text{Nd}$ et $\beta\text{-Mg}_{12}\text{Nd}$ après HPT	118
III.C.3 Cinétique de précipitation de la phase $\beta\text{-Mg}_{12}\text{Nd}$ lors de traitement de revenu ...	120
III.C.4 Séquence de précipitation de l'alliage Mg-Ce hyper déformé par HPT et revenu	121
III D : Analyse par l'EXAFS de la structure fine autour de l'atome Nd de l'alliage Mg-Nd avant/après HPT et revenu.....	124
Introduction	125
III.D.1 Présentation et discussions des spectres d'absorption au Bord-L3 de l'atome Nd de l'alliage Mg-Nd, après l'homogénéisation	125
III.D.2 Présentation et discussions des spectres d'EXAFS de l'alliage Mg-Nd après, l'homogénéisation, HPT et le traitement de revenu	126
Conclusion générale et perspectives	132
Références bibliographiques	136

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

Aujourd'hui, le magnésium et ses alliages ont de plus en plus attiré l'intérêt des scientifiques pour les applications potentielles dans les secteurs de l'aérospatiale et du transport, en raison de leur faible densité et de leurs caractéristiques adaptables avec l'environnement [Valle 2006, Nie 2012]. Cependant, les alliages de magnésium surtout ceux de type AZ (A= Al, Z= Zn et le reste Mg) souffrent d'une mauvaise formabilité à basse température en raison de l'absence de systèmes de glissement indépendants suffisants et le développent d'une texture de type basale [Lin 2009].

Plusieurs stratégies ont été proposées pour surmonter cette lacune. Des travaux récents ont montré que la modification de la composition chimique des alliages de magnésium avec l'addition des terres rares (TR) tels que, Nd, Ce et La pourrait conduire à une amélioration de leur ductilité et dureté (en même temps) même à basse température en défavorisant la texture basale courante. Les éléments TR pourraient modifier les mécanismes de déformation lors de la déformation plastique et augmenter l'activité des systèmes difficiles comme le glissement pyramidal $\langle c + a \rangle$ [Elfiad 2016].

De plus, des procédés de déformation plastique sévère, tels que, extrusion coudee à aires égales (ECAP) [Agnew 2004], co-laminage accumulé [Saito 1998] et torsion à haute pression (HPT) [Edalati 2011] ont été utilisés dans l'objectif d'améliorer considérablement la ductilité des alliages à base Mg à température ambiante. Ceux-ci ont le potentiel de produire des matériaux et des alliages à grains ultra fins (UFG) caractérisés par une limite d'élasticité élevée et une super-plasticité [Tirsatine 2014] et aussi un effet significatif sur la taille et la distribution des précipités dans la matrice [Gubicza 2007]. Ces améliorations sont attribuables à une combinaison d'une microstructure granulaire ultrafine associée à la présence d'une grande quantité de défauts ponctuels (lacunes) et linéaires (dislocations).

Les alliages à base de Mg contenant les terres rares sont le siège de transformations de phases à l'état solide telles que : la recristallisation [Dumitru 2014B] et la précipitation (de phases complexes de type Mg_xTR_y) [Saito 2011, Nie 2012] qui modifient considérablement leur microstructure et leur texture cristallographique et ce durant et après les procédés thermomécaniques. Les précipités de Mg-TR jouent un rôle considérable dans la texture morphologique et cristallographique [Huang 2013], en raison de leur interaction avec les dislocations et les joints de grain. Une modification très importante de la texture et

des transformations de phases est souvent observée après SPD. En plus d'avancer ou de retarder la recristallisation [Dumitru 2014B], ces SPD peuvent aussi perturber l'ordre et la séquence de précipitation, amorphiser l'alliage, rendre stable des phases métastables etc...

Dans ce cadre, cependant, très peu d'études, sinon aucune, n'ont été consacrées aux alliages de Mg en général et aux systèmes Mg-TR en particulier.

Dans notre travail, nous nous sommes intéressés à l'étude de l'évolution de la microstructure, la texture cristallographique ainsi que les propriétés mécaniques de deux alliages binaires de type Mg-TR avant et après le procédé de déformation plastique sévère HPT. La cinétique et les séquences de précipitation ont été également étudiées par un panel de techniques aussi bien légères (MO, MEB, DRX, microdureté, DSC) et lourdes (Synchrotron). Pour la première fois, une analyse de la structure fine autour d'un des éléments d'addition a été étudiée par spectroscopie d'absorption de rayonnement X de haute énergie (EXAFS) avec différentes conditions, avant et après HPT et après un traitement de revenu.

Les résultats obtenus sont comparés avec ceux de la littérature pour les deux alliages.

Le manuscrit de thèse est articulé autour de trois chapitres:

Le premier chapitre qui se subdivise en cinq parties présente des considérations générales et aspects théoriques des hyper déformations, des mécanismes de déformation plastique, la recristallisation et de la précipitation des matériaux à structure hexagonale en général et des alliages de magnésium en particulier.

Le deuxième chapitre présente, les alliages étudiés, le procédé d'hyper déformation HPT, les techniques de caractérisation légères et lourdes de la microstructure et de texture, et des transformations de phases (recristallisation et précipitation).

Le troisième chapitre consigne l'ensemble des résultats obtenus et leurs discussions qui sont répartis en quatre parties :

La première partie est consacrée à la caractérisation de l'alliage Mg-TR (TR= Nd et Ce) à l'état initial et hyper déformé.

Dans la deuxième partie, nous analysons par DSC le phénomène de recristallisation de l'alliage Mg-TR (TR= ND et Ce) après HPT.

Introduction générale

La troisième partie porte les résultats et leurs interprétations de la séquence et cinétique de précipitation de l'alliage Mg-TR (TR=Nd et Ce) lors de traitement de revenu.

La quatrième partie est consacrée à l'analyse par la spectroscopie d'absorption des rayons X à haute énergie de la structure fine autour de l'atome Nd de l'alliage Mg-Nd après HPT et revenu.

Ce travail se termine par une conclusion contenant les résultats les plus importantes et les perspectives envisagées.

CHAPITRE I :

Considérations générales et aspects théoriques

PARTIEA :

**Procédés d'hyper déformation et
mécanismes de déformation
plastique des matériaux à structure
hexagonale et des alliages de
magnésium**

Introduction

Afin de répondre aux besoins industriels, des méthodes de déformation plastique conventionnelles ont dû être développées pour la mise en forme des pièces métalliques et même non métalliques. La déformation plastique mène à la modification de la microstructure des grains par l'accumulation des tous les genres de défauts (ponctuel, linéaire et volumique) qui vont contribuer à l'augmentation de la résistance de l'écoulement plastique du matériau, donc à son durcissement. La modification de la microstructure est fonction de plusieurs facteurs liés au matériau (composition chimique et structure) et d'autres liés principalement à la technique de déformation qui introduit une grande quantité de défauts tels que les dislocations. C'est dans ce contexte que plusieurs méthodes de déformation sévères telles qu'ECAP, ARB et HPT ont été inventées et développées pour accompagner l'exigence drastique sur les nouveaux matériaux.

I.A.1 Les différentes techniques de déformation plastique conventionnelles

Une déformation plastique par différentes techniques telles que l'extrusion, tréfilage forgeage et laminage effectue une modification contrôlée du matériau usiné donc une modification très importante dans la microstructure et la texture. Parmi les principales techniques, on cite l'extrusion, le laminage et la compression plane.

I.A.1.1 L'Extrusion

L'extrusion est une technique de mise en forme de presque tous les types de matériaux. Elle consiste à pousser un matériau (sous forme de billette) à travers une filière par pression hydrostatique. Cette technique permet d'obtenir des produits de différentes formes simples (tube par exemple) ou compliquées (destinés au bâtiment)(voir fig.I.A.1). L'extrusion sert donc dans l'industrie à fabriquer des produits dit « longs ».

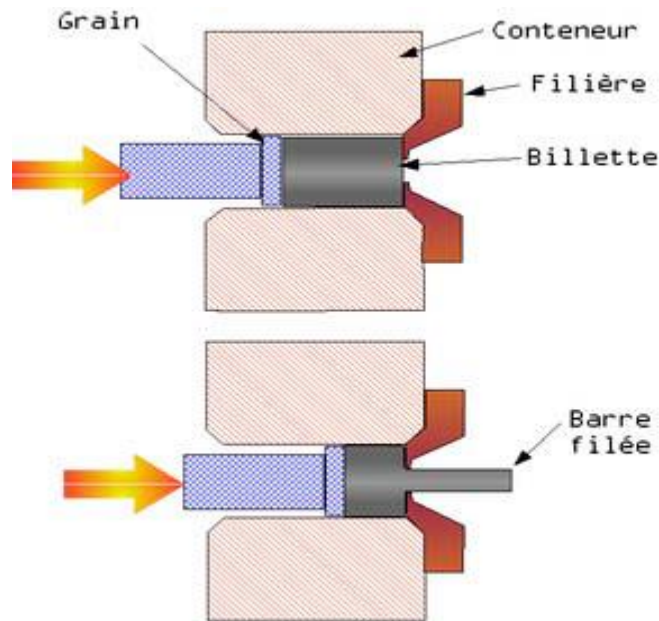


Figure I.A.1 : Schéma du principe d'extrusion.

I.A.1.2 Laminage (Rolling)

La déformation par laminage classique est obtenue par compression continue de deux cylindres (laminaires) parallèles tournant dans des sens opposés et a pour but de réduire l'épaisseur du matériau et l'obtention des produits plats (fig.I.A.2). Le taux de laminage est donné par l'expression suivante :

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

Où e_0 est l'épaisseur initiale de l'échantillon et e_f est l'épaisseur de l'échantillon après le laminage.

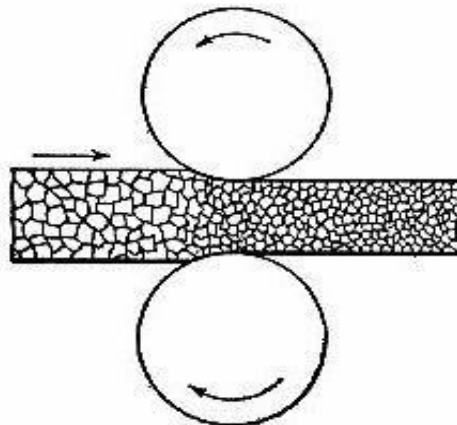


Figure I.A.2 : Schéma du principe de laminage.

I.A.1.3 Compression plane (Plane Strain Compression)

La déformation par compression plane consiste à presser un échantillon (sous forme de parallélépipède) suivant une direction DN (direction de l'écrasement) à l'intérieur d'un couloir de direction libre DL et direction fixe DT [Azzeddine 2012]. En général, 90% des matériaux métalliques sont mis en forme par ce procédé. La figure I.A.3 présente le schéma d'un moule pour la compression plane.

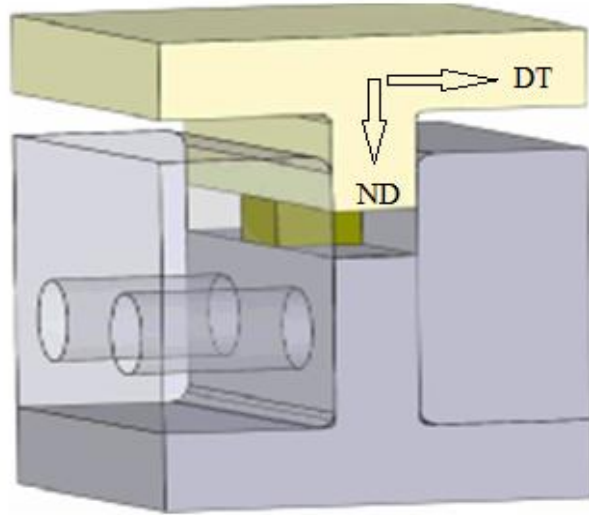


Figure I.A.3 : Schéma d'un moule de laboratoire pour la compression plane [Azzeddine 2012].

I.A.2 Les différentes techniques de déformation plastique sévère

Les procédés de déformation plastique sévère (SPD) peuvent être définis comme des techniques par lesquelles une déformation plastique extrêmement large est introduite dans le matériau et qui a pour objectif d'améliorer les propriétés physico-métallurgiques du matériau [Maki 2001, Hagiwara 2001], Ceci par la création des grains ultra fins [Valiev 2000, Rosochowski 2004] et par l'introduction de quantités considérables de défauts ponctuels (lacunes) et linéaires (dislocations). Les SPD peut dégrader aussi certains propriétés mécaniques d'un matériau comme dans le cas de l'alliage Zn-22%Al hyper déformé par HPT [Kawaaaki 2010B].

Différents procédés SPD ont été développés tels que ECAP (Equal Channel Angular Pressing) [Segal 2002, Valiev 2006], ARB (Accumulative Roll-Bonding), HPT (High Pressure Torsion) [Valiev 1991, Valiev 1997], CEC (Cyclic Extrusion Compression) [Korbel 1981], TE (Torsion Extrusion) [Mizunuma 2005].

Les techniques précédentes peuvent produire des grains ultrafins (Ultra Fine Grain, UFG) avec une taille submicronique (0.1 jusqu'à 1 μ m) ou nanométrique (inférieur à 100

nm) avec la plupart des joints de grains ayant un grand angle de désorientation [Valiev 2000, Valiev 1993]. D'autres auteurs, Hantzsche *et al.* [Hantzsche 2010], Mukai *et al.* [Mukai 2001] et Cottam *et al.* [Cottam 2008] ont considéré que l'affinement des grains est une méthode effective pour améliorer les propriétés mécaniques du matériau grâce à l'activation de différents mécanismes de déformation tels que les glissements non-basaux dans les alliages à structure hexagonale [Agnew 2004].

Il y a une grande concurrence entre les deux procédés d'hyper déformation HPT et ECAP en termes d'affinement microstructurale. Horita *et al.* [Horita 1996] ont reporté que l'HPT peut affiner la taille de grain jusqu'à 90 nm dans l'alliage Al-3% Mg, alors que ECAP peut atteindre seulement 270 nm dans le même alliage [Iwahashi 1998].

Nous citons en résumé les trois techniques les plus utiles l'ECAP, ARB, CARB et HPT, en se concentrant sur cette dernière.

I.A.2.1 Hyper déformation par extrusion coudée à aires égales (ECAE)

La technique a été nommée ECAE (E pour Extrusion), mais les plus souvent c'est plutôt ECAP (P pour Pressing), elle a été proposée en 1977 par Segal [Segal 1995] et a pour but d'obtenir des grains ultra fins. Le principe de cette technique est de faire passer plusieurs fois sous l'effet d'une pression exercée par un piston, une billette parallélépipédique ou cylindrique à l'aide d'un lubrifiant dans une matrice coudée de dimensions fixes (voir fig. I.A.4). L'affinement microstructural est obtenu après un nombre de passes, dans le moule, généralement compris entre 4 et 20. Le coude d'extrusion de la matrice possède deux angles d'intersection, l'un externe notée ψ , et l'autre interne noté 2ϕ (angle variable typiquement entre 90° et 120°).

La déformation totale est donnée par la relation suivante :

$$\varepsilon = \frac{1}{\sqrt{3}} \left\{ 2 \cot \left(\frac{\phi + \psi}{2} \right) + \operatorname{cosec} \left(\frac{\phi + \psi}{2} \right) \right\} \quad (\text{I.A.2})$$

Selon la littérature, la technique ECAP se décline en six routes [Baber 2004] :

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

- Routes B₃₀, B₄₅ et B₆₀ : Salimyanfard *et al.* [Slimyanfard 2010, 2011] ont inventé ces routes pour lesquelles la billette est toujours tournée entre chaque passe dans la même direction d'un angle constant (30, 45 et 60°).
- Route C : La billette est tournée dans le même sens autour de son axe longitudinal après chaque passe d'un angle de 180°.

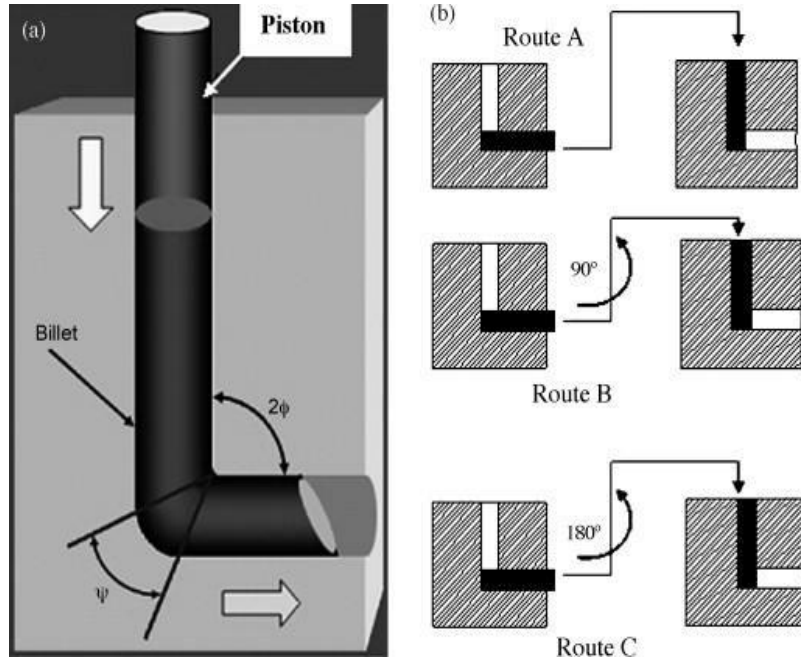


Figure I.A.4 : Schéma du principe et les différentes routes d'ECAP.

I.A.2.2 Hyper déformation par co-laminage accumulatif (ARB)

En 1998, une nouvelle technique a été inventée au Japon par Saito *et al* [Saito2003, Saito1998, Saito 1999]. Le principe de l'ARB est de déformer deux plaques empilées en sandwich par laminage conventionnel, l'opération d'empilement pourrait être répétée jusqu'à certain nombre de cycle N (voir fig. I.A.5).

La déformation équivalente totale appliquée après N cycles avec 50% de réduction d'épaisseur par cycle est donnée par la relation suivante [Saito 2003]:

$$\epsilon_{\text{tot}} = \left\{ \frac{2}{\sqrt{3}} \ln\left(\frac{1}{2}\right) \right\} \cdot N = 0.8N \quad (\text{I.A.3})$$

Ainsi, la réduction totale après N cycles peut être calculée par l'expression suivant [Tsuji 2003]:

$$R_{\text{tot}} = 1 - \frac{t}{t_0} = 1 - \frac{1}{2^N} \quad (\text{I.A.4})$$

Où t_0 est l'épaisseur initiale, t est l'épaisseur finale des deux feuilles empilées après hyper déformation par ARB.

D'autre part, le nombre de couches individuelles n après N cycles d'ARB est donné par [Tsuji 2003]:

$$n = 2^N \quad (\text{I.A.5})$$

Après N cycles d'ARB, l'épaisseur d'une couche individuelle est exprimée par la relation [Tsuji 2003]:

$$t = \frac{t_0}{2^N} \quad (\text{I.A.6})$$

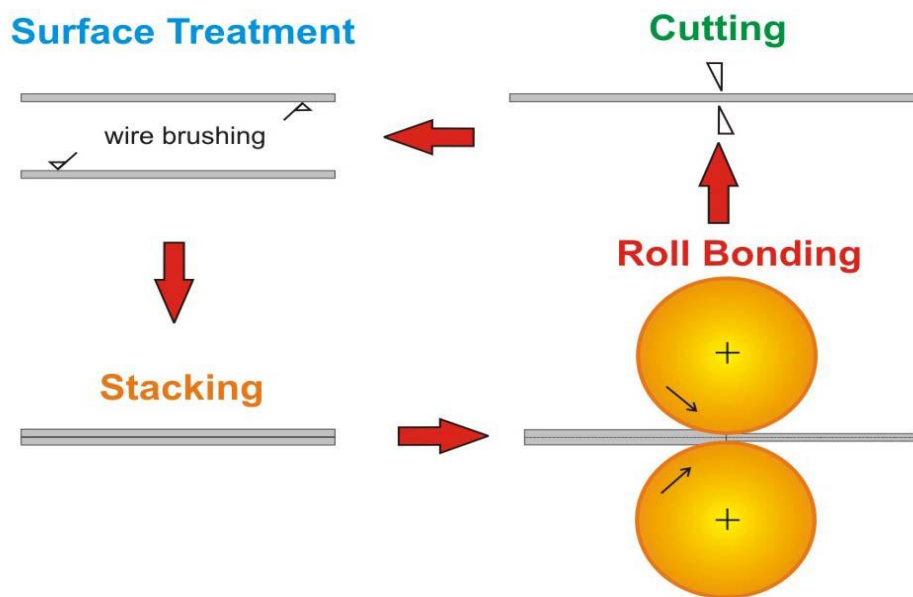


Figure I.A.5 : Schéma du principe d'ARB [Saito 2003].

I.A.2.3 Hyper déformation par co-laminage accumulatif croisé (CARB)

La technique de soudage par co-laminage croisé (CARB) est une nouvelle méthode de déformation plastique sévère. Le principe de celle-ci est le même que l'ARB avec une seule différence, c'est l'introduction d'une rotation de 90° de l'échantillon dans le sens inverse des aiguilles d'une montre qui se fait autour de la direction normale de l'échantillon après chaque cycle de CARB tout le long de l'expérience (voir fig.I.A.6) [Azzeddine 2014].

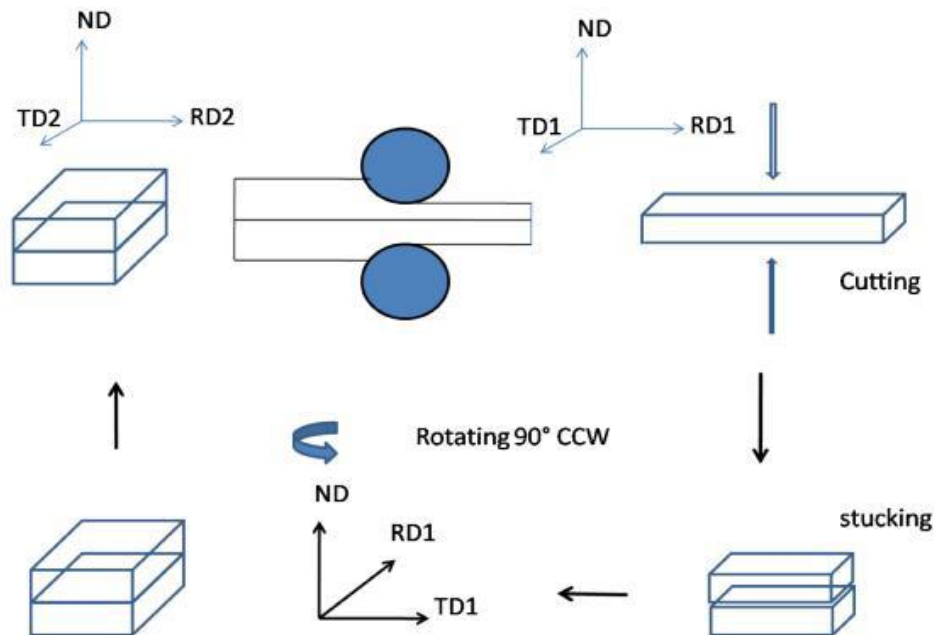


Figure I.A.6 : Protocole utilisé pour l'élaboration par l'hyper déformation CARB.

I.A.2.4 Hyper déformation par torsion sous haute pression (HPT)

La technique HPT a été développée par le Professeur Bridgman de manière précoce en 1935. Il a travaillé sur le développement des matériaux métalliques par hyper déformation. En 1946, Bridgman a gagné le prix Nobel en physique grâce à ces premiers travaux sur l'effet des hautes pressions combiné avec torsion [Bridgman 1935, Bridgman 1943]. Ces dernières années l'HPT a connu un outil très important pour approfondir les études sur les matériaux métalliques après déformation plastique intense, par ce qu'elle a fréquemment réussi à produire des matériaux métalliques avec une taille du grain inférieure à 100 nm, dépendante du matériau et des conditions de déformation (pression, vitesse, nombre de tours etc...) [Kawasaki 2014].

Il y a un autre aspect de l'HPT qui porte le nom c-HPT (cyclic-HPT), il s'agit de renverser la direction de déformation en torsion par renversement périodique de la direction de l'enclume inférieure c'est-à-dire un changement de la direction de déformation (Strain Path) qui a pour but de changer la microstructure. L'utilisation de l'-c-HPT a été introduite sur l'alliage Al-3%Mg-0.2 % Sc [Horita 2005] et aussi sur l'Al pur [Kawasaki 2008], Pd [Ivanisenko 2008], le Ti [Todaka 2008] et l'alliage Zn-22 % Al [Kawasaki 2010].

- Principe de l'HPT

Valiev *et al* [Valiev 1996] ont développé les dernières versions de l'HPT par l'utilisation d'un appareil sous haute pression comme nous montre la figure I.A.7.

Le procédé HPT consiste à placer un disque de matériau peu épais entre deux enclumes massives, ces dernières subissent en même temps une grande pression P de l'ordre de quelques GPa en plus de la torsion, ce qui entraîne des forces de frictions causées par rotation de l'enclume inférieure [kawasaki 2014].

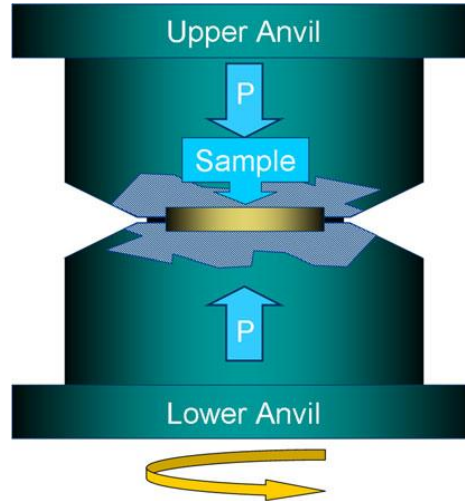


Figure I.A.7: Illustration schématique du principe de l'HPT [Valiev 1996].

Quand un disque est traité par HPT conventionnelle, il est possible d'estimer la déformation imposée. La relation entre de très petites rotations $d\theta$ et un déplacement dl dans un disque de rayon r est $dl = r d\theta$ (voir fig. I.A.8).

Le gradient de contrainte du cisaillement est donné par la formule suivante [Zhilyaev 2003]:

$$d\gamma(r) = \frac{dl}{h} = \frac{r d\theta}{h} \quad (\text{I.A.7})$$

Où h est l'épaisseur de disque

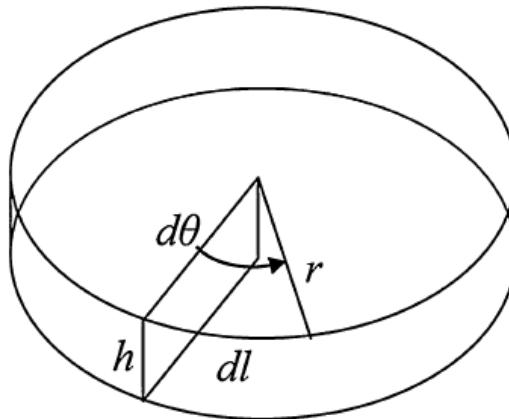


Figure I.A.8: Paramètres utilisés pour l'estimation de la contrainte imposée dans l'HPT
[Zhilyaev 2003].

On assume que l'épaisseur de disque est indépendante de l'angle de rotation, alors $\theta = 2\pi N$, où N est le nombre de tours, donc la formule de contrainte de cisaillement γ est donnée par la formule suivante [Zhilyaev 2003]:

$$\gamma(r) = \frac{2\pi Nr}{h} \quad (\text{I.A.8})$$

En utilisant la relation, $\varepsilon = \gamma / \sqrt{3}$, l'expression de la déformation équivalente de Von Mises est donnée par la formule suivante [Valiev 1996, Wetscher 2004]:

$$\varepsilon = \frac{2\pi Nr}{h\sqrt{3}} \quad (\text{I.A.9})$$

D'après la dernière formule, Il est clair que la déformation équivalente imposée est proportionnelle à la distance radiale du disque c'est-à-dire qu'il y aura une augmentation de la valeur de déformation équivalente lorsqu'on passe du centre à la périphérie de disque. De là, la déformation équivalente totale est plutôt considérable à la périphérie par rapport à celle au niveau des zones près du centre, en conséquence une structure inhomogène s'est produite après HPT [Kawasaki 2008].

Beaucoup de travaux ont mentionné la possibilité d'atteindre une microstructure homogène dans quelques matériaux après un grand nombre de tours HPT.

I.A.3 Evolution de la microdureté après HPT

L'étude des propriétés mécaniques par la mesure de la dureté est un outil très important pour évaluer les propriétés mécaniques ainsi que l'évolution de la microstructure vers l'homogénéité. La variation de la microdureté avec l'augmentation du nombre de tours de HPT a été étudiée pour la première fois sur l'alliage Cu–Si [Jiang 2000]. D'après les résultats de cet alliage hyper déformé (voir fig.I.A.9), il y a deux points importants à noter, premièrement, les valeurs de la microdureté au centre de disque sont plus faibles que celles au bord de disque. Deuxièmement, en général la microdureté à travers le disque augmente avec l'augmentation du nombre de tours de l'HPT [Jiang 2000].

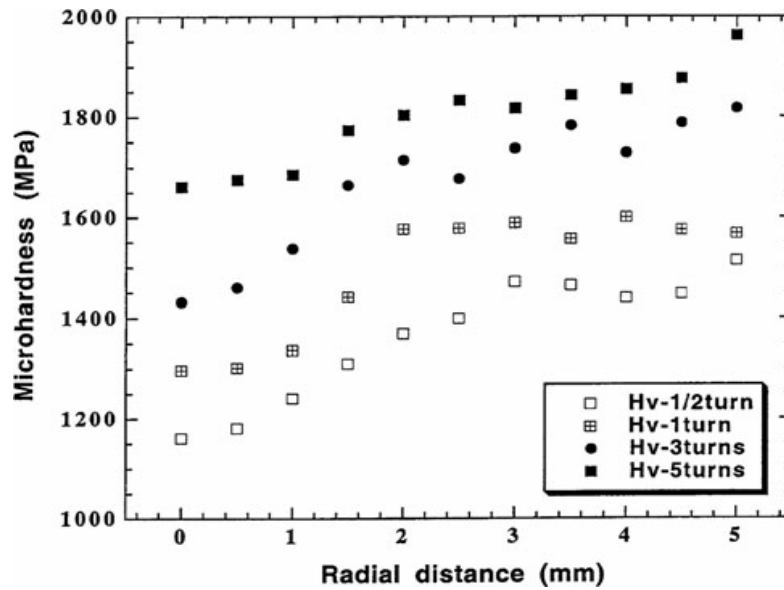


Figure I.A.9: Variation de la microdureté en fonction de la distance radiale de disque de l'alliage Cu-Si déformé par HPT avec: $P = 5$ GPa et $N = \frac{1}{2}, 1, 3, 5$ tours [Jiang 2000].

Afin de mieux comprendre le durcissement, l'adoucissement du matériau déformé par HPT, il est nécessaire de suivre l'évolution de la microdureté H_v avec la déformation équivalente. Ce genre d'évolution a été rapporté pour la première fois sur une série d'acier austénitique (Austenitic steel) après 17 tours d'HPT [Vorhauer 2004]. Les résultats montrent un stade de durcissement par HPT comme observé dans d'autres métaux.

En général, trois modèles ont été proposés dans la littérature [Kawasaki 2010A]:

- Durcissement sans restauration avec l'augmentation de la déformation équivalente (fig.I.A.10.a) comme dans les alliages Cu-Ni-Si [Khereddine 2013].
- Durcissement dans le premier stade de traitement suivi par une restauration rapide, comme dans le cas du Mg de haute pureté [Edalati 2011] et Al [Kawasaki 2010A] (fig.I.A.10.b). L'évolution rapide de restauration est en raison de l'énergie des défauts d'empilement qui est très élevée et elle conduit à la restauration rapide de la microstructure.
- Adoucissement significatif comme nous présente la figure I.A.10.c. Il s'opère dans les matériaux non ferreux tels que les alliages Zn-Al [Kawasaki 2010B] et Pb-Sn [Zhang 2013].

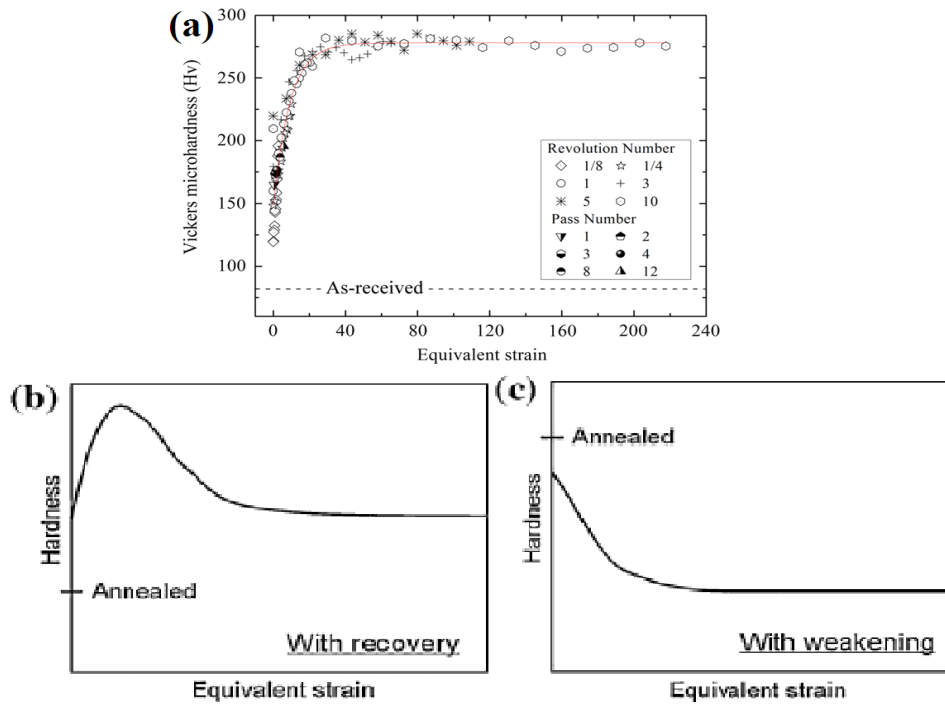


Figure I.A.10 : Les trois modèles de variation de la microdureté avec déformation équivalente pour les métaux traités par HPT : a) durcissement sans restauration, b) durcissement avec restauration et c) Adoucissement.

I.A.4 Etat de l'art sur le magnésium et ses alliages hyper déformés

Figueiredo et Langdon [Figueiredo 2011] ont étudié l'alliage AZ31 (Mg-3%Al-1%Zn, % en poids) hyper déformé à chaud (463K) par la technique HPT jusqu'à 5 tours. Ce travail avait pour but de savoir si on pouvait atteindre une microstructure homogène ou non à travers l'épaisseur du disque, car souvent il y avait des difficultés considérables dans la déformation des alliages de magnésium en utilisant les techniques de déformation plastique sévère comme l'ECAP [Figueiredo 2007, Figueiredo 2010]. Ils ont trouvé après 5 tours que les valeurs de la microdureté et la taille des grains étaient presque identiques dans toute la surface du disque, mais celles-ci n'étaient pas identiques à travers l'épaisseur du disque. Cette variation a été attribuée d'un côté aux mécanismes du affinement des grains et d'un autre côté à la variation locale du flux de déformation causé par l'HPT.

Dans un autre travail sur le même alliage (AZ31), Serre et al [Serre 2011] ont étudié l'évolution de la microdureté et la taille des grains après hyper déformation à chaud (453K) par l'HPT jusqu'à 5 tours et à différentes vitesses de déformation 0.5, 1 et 2 rpm (rotation per minute). Ils ont observé que l'HPT aboutissait à un affinement important des grains jusqu'à $\sim 0.5\mu\text{m}$, avec une microstructure hétérogène au centre du disque et une microstructure homogène lorsque le rayon de disque $r \geq 1\text{mm}$. D'un autre part, ils ont

conclu qu'il était possible de mettre en corrélation les deux valeurs, la microdureté et la taille des grains, avec la vitesse de déformation locale. Celle-ci montre qu'avec l'augmentation de vitesse de déformation, il y a en même temps une faible diminution dans la taille des grains et aussi une faible augmentation dans les valeurs de microdureté.

Jusqu'à maintenant, quelques recherches ont été effectuées sur les alliages à base de magnésium tels que les alliages Mg-Al-Zn hyper déformés par la technique HPT à température ambiante [Huang 2012A, Huang 2012B]. Al-Zubaydi *et al.* [Al-Zubaydi 2013] ont réalisé une étude comparative entre deux alliages AZ31 et AZ91(Mg-9%Al-1%Zn, % en poids) hyper déformés par l'HPT à température ambiante jusqu'à 5 tours. Ils ont observé que les deux alliages montraient une hétérogénéité, du point de vue microstructure et microdureté, à travers la section verticale du disque,. Ils ont mis en évidence cette hétérogénéité d'un part, à la présence de bandes de cisaillements dans la microstructure déformée et d'autre part, à la variation de la microdureté le long de la section longitudinale.

Meng *et al.* [Meng 2014] ont mené une étude sur l'alliage Mg-3.4%Zn (% en poids) déformé à température ambiante par la technique HPT jusqu'à 20 tours. Ils ont observé après 20 tours, une microstructure recristallisée avec une taille moyenne de 140 nm. En outre, ils ont attribué ces résultats à la présence d'une deuxième phase ($\text{Mg}_{67.6}\text{Zn}_{32.4}$) qui permet d'empêcher la croissance des grains recristallisées dynamiquement.

Cizek *et al.* [Cizek 2007] ont effectué une étude de comparaison sur le Mg pur et Mg-10Gd (% en poids) déformés à température ambiante par l'HPT. Ils ont observé deux régions de microstructure de Mg, la première région déformée à grains ultra fins (100-300nm) avec grande densité de dislocations et la deuxième recristallisée avec des grains larges (1-5 μm) presque libres de dislocations. En outre, ils ont observé des grains ultra fins uniformes dans la microstructure de l'alliage Mg-10Gd avec une taille de grains 100nm. Dans un autre travail effectué par Edalati *et al.* [Edalati 2011] qui ont déformé le magnésium pur en utilisant l'HPT jusqu'à 10 tours et ils ont trouvé des grains avec une taille moyenne $\sim 1 \mu\text{m}$.

Arab et Akbarzadeh [Arab 2013] ont étudié l'effet du procédé ECAP suivant la route C jusqu'à 4 passes sur l'évolution de la microstructure de l'alliage AZ31 avec différentes températures de déformation 200, 250 et 275°. Ils ont trouvé d'une part, que la taille de

grains diminue avec l'augmentation de nombre de passe d'ECAP et d'autre part, que celle-ci se croît avec l'augmentation de température de déformation.

Mukai *et al.* [Kang 2008] ont constaté que la ductilité de l'alliage AZ31 a été améliorée jusqu'à 45% après ECAE. Dans le même sujet Sadeghi *et al.* [Sadeghi 2008] ont attribué la progression de la ductilité de l'alliage AZ31 à l'activation des systèmes de glissements non basaux.

Yan *et al.* [Yan 2011] ont fait une étude comparative sur l'alliage Mg-1.2Zn-0.8Gd (% en poids) déformé par deux procédés, laminage conventionnel et ECAE suivant la route B_C. Ce travail a été fait dans le but de caractériser l'évolution de la texture et les propriétés mécaniques de cet alliage. Ils ont trouvé d'une part, qu'après le laminage, le plan basal incliné est d'environ $\pm 42^\circ$ de la direction normale ND vers la direction transversal TD, et après ECAE le plan basal incliné d'environ $\pm 38^\circ$ vers la direction d'extrusion ED, et d'autre part, ils ont observé une elongation similaire à travers la direction TD et ED dans l'alliage laminé et extrudé respectivement. Celle-ci a été attribuée à la texture non basale à travers les deux directions précédentes.

Pérez-Prado *et al.* [Pérez 2005] ont fait une étude sur deux alliages, AZ91 déformé par l'ARB jusqu'à 4 passes avec 80% de réduction par passe et aussi AM60 (Mg-6%Al-0.17%Mn, % en poids) déformé par laminage sévère avec une seule passe à 80% de réduction. Les deux alliages ont été déformés sous la même température de 375°C. Ils ont rapporté d'une part, dans l'alliage AZ91, qu'il y a une transformation microstructurale importante. La taille de grains s'affine jusqu'à une valeur inférieure à 1 μm , et d'autre part, l'alliage AM60 montre un raffinement très rapide après une seule passe où la taille de grains prend 1 μm .

I.A.5 Modes de déformation plastique dans les matériaux hexagonaux

Dans une revue approfondie par Serre [Serre 1967], il a présenté en détail les indices cristallographiques (Miller et Miller-Bravais) des matériaux à structure hexagonale tel que le Mg dans le but de définir, les plans cristallographiques, les directions cristallographiques et les deux mécanismes de déformation, glissement et maclage du fait que la déformation plastique s'exécute suivant un nombre de systèmes de déformation bien définis.

I.A.5.1 Glissement cristallographique

Quand un matériau est déformé ou traité thermiquement, il y a au moins un système de glissement qui s'active à l'intérieur du matériau le long de la direction et du plan les plus

denses, permettant ainsi de changer la forme du matériau tout en maintenant le volume inchangé. Le mouvement du glissement est conduit par une contrainte nommée scission résolue τ (Resolved Shear Stress (RSS)) et l'activation de certains systèmes de glissement a eu lieu après une valeur bien définie de scission résolue critique τ_0 (Critical Resolved Shear Stress, CRSS) qui soit atteinte et qui se dépend de la contrainte extérieur σ . Cette contrainte critique dépend de la composition chimique du matériau et des conditions de déformation (Vitesse de déformation, direction et température de déformation). La scission résolue est donnée par l'expression suivante [Xiaohui 2013]:

$$\tau = \cos \kappa \cdot \cos \lambda \frac{F}{S} = m \cdot \sigma \quad (\text{I.A.10})$$

Où m est le facteur de Schmid

Le système de glissement ayant la plus grande valeur du facteur de Schmid et qui subira une grande valeur de scission résolue sera activé en premier [Xiaohui 2013].

Les matériaux ayant une structure hexagonale comme le magnésium et ses alliages [Xiaohui 2013], possèdent 3 systèmes de glissement, comme nous montre le tableau I.A.1 ci-dessous.

Tableau I.A.1 : Systèmes de glissement dans les alliages à base de Mg [Xiaohui 2013].

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
$\langle a \rangle$	Pyramidale $\{10\bar{1}1\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	6	4
$\langle a + c \rangle$	Pyramidale $\{11\bar{2}2\}$	$\langle 11\bar{2}3 \rangle$	6	5

Il est clair que les trois premiers systèmes de glissement, basal (0001), prismatique $\{10\bar{1}0\}$ et pyramidal du premier ordre $\{10\bar{1}1\}$ ont le même vecteur de Burger $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ($\langle a \rangle$), et ils ne provoquent pas un déplacement à travers l'axe c, mais le glissement pyramidal de deuxième ordre $\{11\bar{2}2\}$ est associé à la direction $\langle 11\bar{2}3 \rangle$ ($\langle a + c \rangle$), ce qui permet au matériau de relaxer la déformation imposée à travers l'axe c et il permet au matériau de se déformer dans toutes les directions.

D'ailleurs les matériaux ayant une structure hexagonale, exhibent une formabilité faible à basse température à cause de ses nombres de systèmes de glissement limités, 3 systèmes où 2 sont indépendants, ce nombre est incomparable avec les matériaux ayant une structure cfc dans lesquels, on compte 12 systèmes de glissements, ainsi que les matériaux bcc qui contiennent entre 12 jusqu'à 48 systèmes possibles [Engler 2010].

Les différents systèmes de glissements possibles (basaux et non basaux) dans les alliages à structure hexagonale notamment le magnésium et ses alliages, sont schématisés dans la figure I.A.11 ci-dessous [Xiaohui 2013].

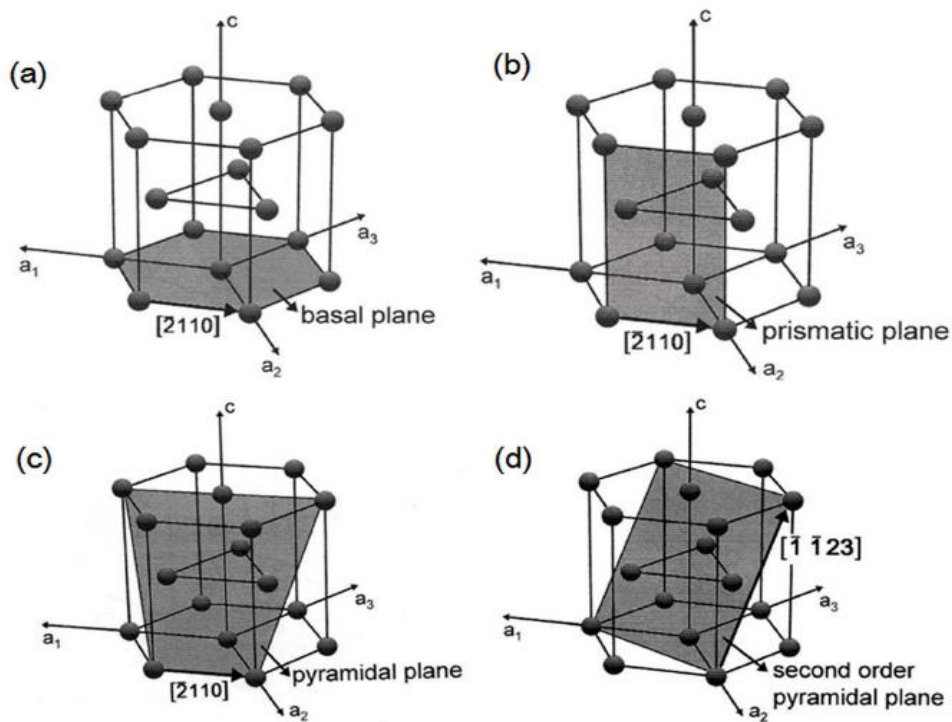


Figure I.A.11: Systèmes de glissement dans le Mg: a) glissement basal $(0001)\langle 11\bar{2}0 \rangle$
b) glissement prismatique $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$, c) glissement pyramidal premier ordre
 $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ et d) glissement pyramidal deuxième ordre $\{11\bar{2}0\}\langle 11\bar{2}3 \rangle$
[Xiaohui 2013].

I.A.5.2 Maclage cristallographique

La déformation plastique dans les matériaux métalliques peut avoir lieu aussi par un autre mode de déformation, c'est le maclage qui est par définition un mode de cisaillement d'un cristal qui produit deux parties symétriques, la première partie déformée et l'autre non déformée (la matrice). Le plan entre les deux parties cisailées s'appelle plan de maclage et la direction de cisaillement des atomes s'appelle direction de maclage (voir fig.I.A.12). D'après les figures I.A.12 et I.A.13, on constate que le maclage ne conserve pas l'orientation du cristal, alors que le glissement la conserve.

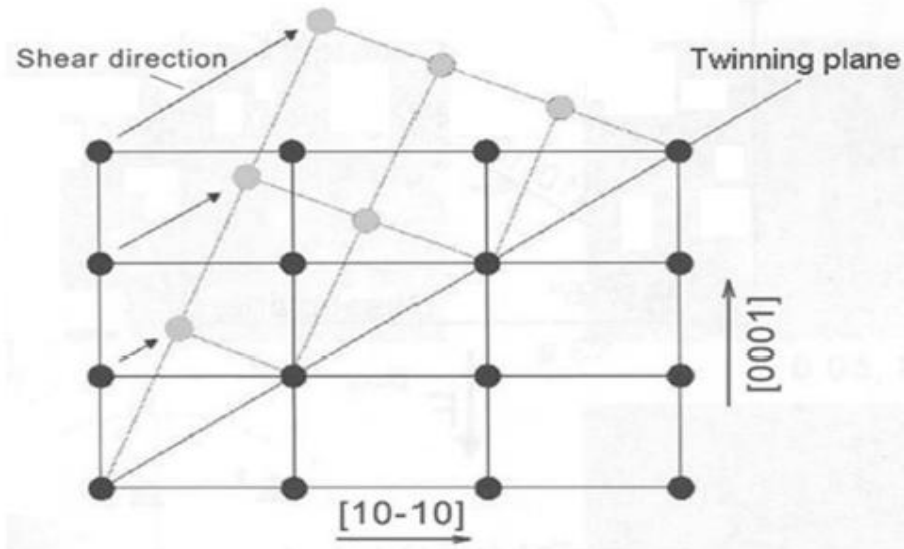


Figure I.A.12: Représentation du maclage dans le système hexagonal avec $c/a < 1.73$; les cercles noirs représentent les positions des atomes avant le maclage et les cercles gris représentent les positions des atomes après le maclage [Gottstein 2004]

Au cours de la déformation du magnésium à basse température ($< 200\text{ }^{\circ}\text{C}$), les modes de déformation qui s'opèrent premièrement sont le glissement basal et le maclage à cause de leurs petites valeurs du CRSS (Contrainte de cisaillement critique résolue) qui sont dans les intervalles $0.5 \sim 1\text{ MPa}$ et $1 \sim 10\text{ MPa}$ respectivement [Barnett 2003], ce qui explique la rupture du matériau pendant la déformation à basse température. La figure I.A.13 représente les trois types de maclage dans les matériaux hexagonaux qui ont été rapportés dans des anciens travaux : Macle de tension $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$, Macle de compression $\{10\bar{1}1\}\langle 10\bar{1}2\rangle$ et macle double $\{10\bar{1}1\}-\{10\bar{1}2\}$ ou $\{10\bar{1}3\}-\{10\bar{1}2\}$ [Jiang 2007].

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

Elle est aussi appelée macle d'extension, puisqu'elle provoque une extension le long de l'axe c et une contraction dans une direction perpendiculaire à l'axe c (voir fig.I.A.13.a). Pendant le maclage d'extension, relativement au grain original, le plan basal est tourné de 86.3° autour de la direction $\langle 11\bar{2}0\rangle$. En 1982, Ion *et al.* [Ion 1982] ont rapporté d'après les analyses de la microstructure que la macle de tension $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$ présente une morphologie en lentilles minces, mais après certains taux de déformation, elles deviennent plus épaisses. Ce type de macle est le plus observé dans le magnésium.

- **Macle de compression $\{10\bar{1}1\}\langle 10\bar{1}2\rangle$ ou $\{10\bar{1}3\}\langle 10\bar{1}2\rangle$**

Elle est appelée aussi macle de contraction, par ce qu'elle mène à une contraction le long de l'axe C et une extension à travers d'un axe perpendiculaire à l'axe c (fig.I.A.13.b). Durant ce type de maclage, le plan basal fait une rotation 56.2° autour de la direction $\langle 11\bar{2}0 \rangle$. La morphologie de la macle de compression est mince ce qui est très difficile de la détecter par microscope optique.

Concernant le double maclage, la macle de compression ($\{10\bar{1}1\}$ ou $\{10\bar{1}3\}$) se forme premièrement, suivie par la macle d'extension $\{10\bar{1}2\}$ qui prend place la première macle de contraction originale (fig.I.A.13.c).

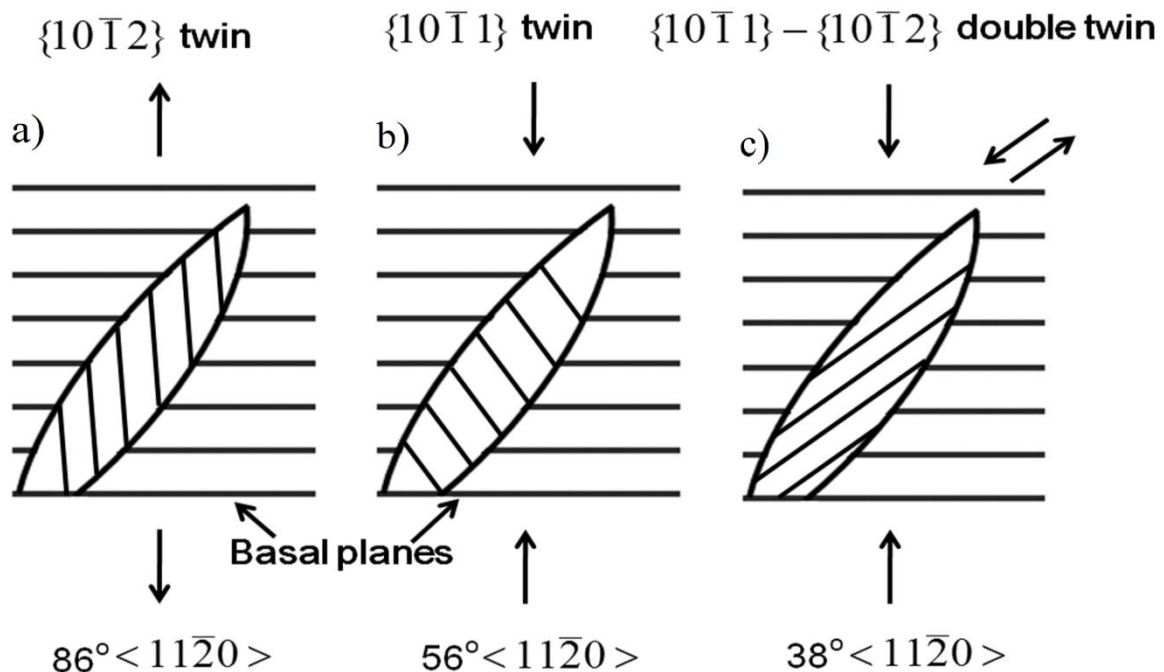


Figure I.A.13: Les différents types de macles dans les matériaux hexagonaux [R-Hill 1973].

Les différents types de maclage avec leurs axe/angle de désorientation sont illustrés dans le tableau I.A.2 ci-dessous.

Tableau I.A.2 : Les différents types de macles observées dans le magnésium et ses alliages.

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

$\{10\bar{1}1\}-\{10\bar{1}2\}$	$38^\circ \langle 1\bar{2}10 \rangle$
$\{10\bar{1}3\}-\{10\bar{1}2\}$	$22^\circ \langle 1\bar{2}10 \rangle$

En 1909, Rosenhain et Humphrey [Rosenhain 1909] ont rapporté que le glissement de joints de grains (Grain Boundary Sliding GBS) est un autre mécanisme de déformation qui s'opère par un glissement des grains adjacents entre eux. Ce système de déformation peut être observé dans les matériaux à petite grains et/ou dans les gros grains [Langdon 2006].

I.A.6 Les différents facteurs qui influent sur l'activation de glissement et de maclage dans les matériaux hexagonaux

Partridge [Partridge 1967], a tenté de clarifier les différents facteurs influents sur l'activation des systèmes de glissement et de maclage dans les matériaux à structure hexagonale

- **Effet de la température :** En 2003 Barnett [Barnett 2003] a résumé l'influence de la température sur les valeurs de scission résolue critique CRSS des différents systèmes de déformation pour le magnésium (voir fig.I.A.14). Il est clair qu'à basse température ($< 200^\circ$), le glissement basal et la macle de tension sont les plus dominants, alors qu'avec l'augmentation de la température on observe que les valeurs de CRSS de glissement prismatique et pyramidale diminuent ce qui rend leur activation plus possible. L'activation du glissement pyramidale $\langle c + a \rangle$ et les autres systèmes non basaux expliquent l'amélioration de la formabilité de Mg à haute température [Agnew 2003].

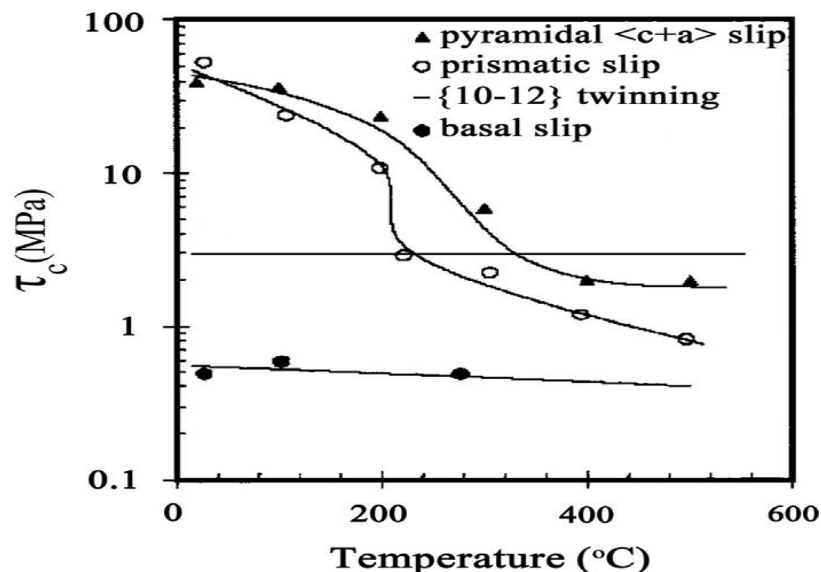


Figure I.A.14 :L'effet de la température sur les valeurs de CRSS des différents modes de déformation dans le magnésium [Agnew 2003]

- **Effet de l'élément de soluté** : L'élément de soluté joue un rôle très important, par ce qu'il provoque un changement dans le rapport c/a , ce qui conduit un changement dans le mécanisme de déformation. A titre d'exemple, la valeur de CRSS du glissement basal dans le Mg pur est entre 0.45-0.81 MPa, alors que dans l'alliage AZ31, elle devient plus grande 10-45 MPa [Mwembela 1998].
- **Effet de la texture initiale** :En 2009, Al-Samman [Al-Samman 2009] a fait une étude comparative sur l'évolution de la texture après déformation par laminage simple et par compression plane (PSC), avec différentes orientations des échantillons (différentes textures initiales). Il a mentionné d'après les essais de PSC que le glissement prismatique a lieu quand l'axe c est parallèle à TD, alors que le glissement pyramidal est le système dominant quand l'axe c est parallèle à RD. Alors, on constate que l'activation de certains systèmes de glissements ainsi que l'activation du maclage exigent certaines orientations que d'autres.
- **Effet de la taille des grains** : Koike [Koike 2005] a constaté d'après ses études sur les tests de tension de l'alliage AZ31, qu'il y a un passage de système du maclage au système de glissement quand la taille des grains diminue.
- **Effet du rapport c/a** : La figure I.A.15 représente la texture de déformation des matériaux ayant une structure hexagonale après laminage, qui se subdivise en trois groupes selon le rapport c/a . Quand celui-ci est supérieur à 1.633 (comme dans le cas de Cd et Zn), le plan basal s'incline vers la direction de laminage RD d'un angle allant de 20° à 30°, alors que quand $c/a < 1.633$ (comme dans le cas de Ti et Zr), le plan basal s'incline vers la direction transversal TD de 30 à 40°. Dans le cas où le rapport c/a prend la valeur 1.633, la texture fibreuse $\{0001\}$ est la plus dominante. L'inclinaison du pôle basal vers RD ou TD démontre généralement l'activation de glissement prismatique ou pyramidal [Grewen 1973, Carmichael 1996].

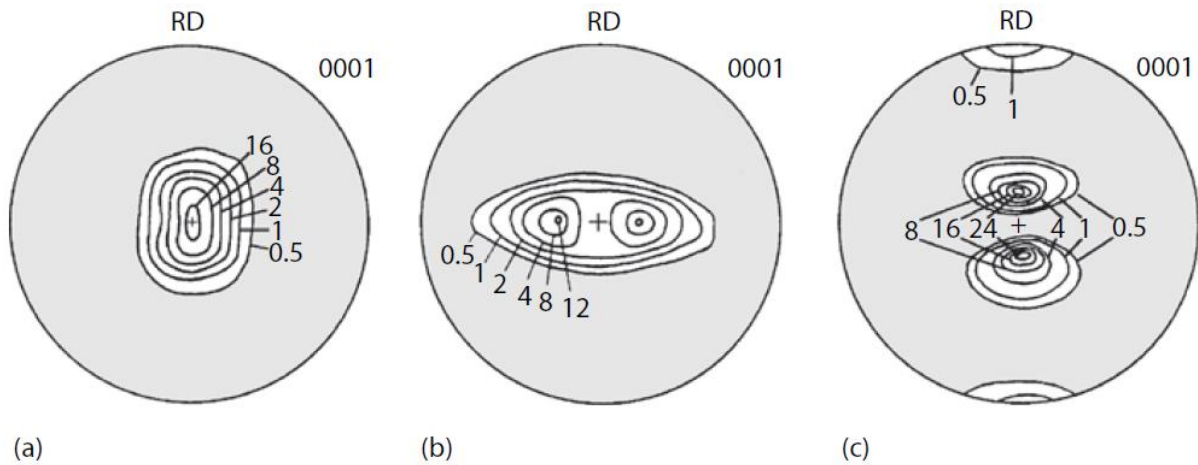


Figure I.A.15: Figure de pôle {0001} des matériaux hexagonaux laminés en fonction de leurs rapport c/a , a) $c/a \sim 1.633$, b) $c/a < 1.633$, c) $c/a > 1.633$ [Wassermann 1962].

- **Effet du procédé de déformation :** Jusqu'à maintenant et d'après tous les travaux sur les différentes techniques de déformation conventionnelles ou sévères, la texture cristallographique du matériau varie fortement avec la technique de mise en forme, alors l'activation de certains systèmes de déformation est plus ou moins affecté par le procédé thermomécanique.

PARTIE B:

Notions fondamentales sur la texture cristallographique dans les matériaux hexagonaux

Introduction

La plupart des matériaux solides tels que les métaux qui ont une structure polycristalline sont composés de plusieurs grains individuels, chacun son orientation. Toutes les orientations de tous les grains du matériau prenant le nom texture cristallographique, qui est en général affectée par les opérations de mise en forme et de traitements thermiques appliquées au matériau. Dans le cas où la distribution d'orientations des grains du matériau n'est pas aléatoire, certaines propriétés dépendant fortement de la direction cristallographique sur laquelle elles sont mesurées. De plus, quelques études affirmaient que l'orientation préférentielle peut affecter les propriétés du matériau à hauteur d'environ 20 à 50% de la valeur de la propriété mesurée.

Jusqu'à maintenant, de nombreuses tentatives ont été effectuées dans l'objectif de bien comprendre les différents facteurs responsables de l'évolution de la texture cristallographique du matériau afin d'améliorer certaines propriétés telles que les propriétés mécaniques.

I.B.1 Représentation de l'orientation cristallographique des cristallites d'un matériau hexagonal

L'orientation cristallographique g est définie comme la position relative des plans atomiques d'une cristallite dans le volume d'un cristal par rapport à un référentiel fixé lié à l'échantillon. D'autre part, l'orientation g de la cristallite est associée aux rotations qui permettent d'assurer la coïncidence entre le référentiel (Oxyz) lié au cristallite avec celui lié à l'échantillon (DL, DT, DN).

Afin de bien comprendre l'orientation cristallographique g d'un cristallite, il faut disposer de deux repères (voir la fig.I.B.1) :

- Repère microscopique lié au cristallite (Oxyz) : En général, ce repère dépend de la symétrie cristalline pris en compte. Dans le cas d'un matériau à structure hexagonale, l'axe $Ox \parallel [10\bar{1}0]$, $Oy \parallel [11\bar{2}0]$ et $Oz \parallel [0001]$.
- Repère macroscopique lié au matériau (DL, DT, DN) : Dans le cas d'un matériau laminé la direction DL est la direction de laminage, DT la direction transversale et la direction DN est la direction normale.

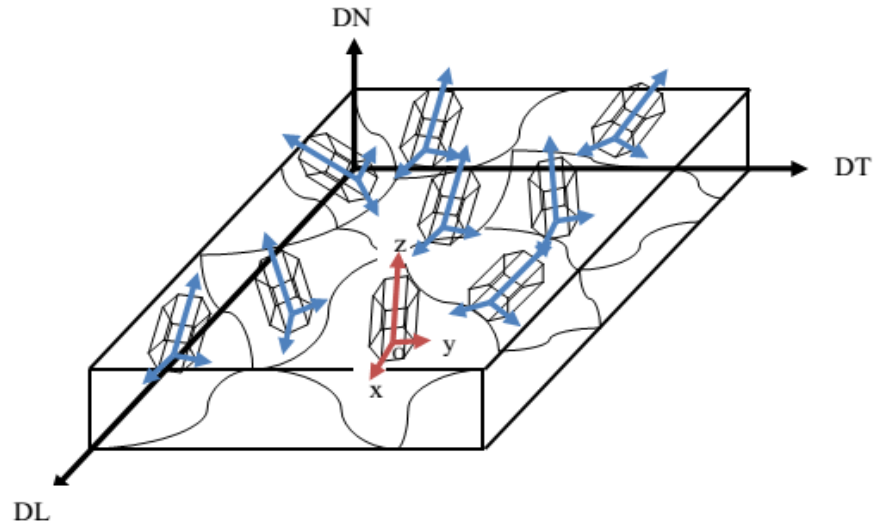


Figure I.B.1: Représentation schématique de deux repères liés à l'échantillon et au cristallite dans le cas d'une structure hexagonale.

Une orientation préférentielle g peut être représentée à l'aide de différentes manières [Azzeddine 2012]:

- Indices de Miller ou indices de Miller-Bravais
- Angles d'Euler (espace d'Euler)
- Angle/Axe de rotation
- Matrice de rotation
- Vecteur de Rodriguez

Parmi les manières les plus fréquentes mentionnons, les angles d'Euler et les indices de Miller ou indices de Miller-Bravais qui feront l'objet de notre intérêt dans le cadre de cette étude.

I.B.1.1 Représentation de l'orientation à l'aide des angles d'Euler

Afin de mener en coïncidence le repère (Oxyz) avec celui lié à l'échantillon (DL, DT, DN), il y a différentes notations qui ont été proposées pour assurer trois rotations autour des axes qui sont liés au cristallite (voir le tab.I.B.1).

Chapitre I.B: Notions fondamentales sur la texture cristallographique dans les matériaux hexagonaux

Tableau I.B.1: Correspondances entre les différents angles d'Euler usuels des différentes conventions [Azzeddine 2012].

Matties	Roe	Bunge	Canova	Kocks
α	ψ	$\varphi_1 = \alpha + \frac{\pi}{2}$	$\omega = \frac{\pi}{2} - \alpha$	ψ
β	θ	Φ	θ	θ
γ	Φ	$\varphi_2 = \gamma + \frac{3\pi}{2}$	$\phi = \frac{3\pi}{2} - \gamma$	$\phi = \pi - \gamma$

La notation la plus courante est celle proposée par Bunge [Bunge 1982, Bunge 1965], où il y a trois rotations successives autour des axes Z-X-Z (voir la fig.I.B.2) comme suivant :

- Une première rotation φ_1 autour de l'axe OZ d'un angle φ_1 ($2\pi \geq \varphi_1 \geq 0$), celle-ci va transformer la direction Ox à une nouvelle direction Ox' et la direction Oy à une nouvelle direction Oy'.
- Une deuxième rotation ϕ autour de l'axe Ox' qui va transformer la direction Oz à une nouvelle direction Oz' et la direction Oy' à une nouvelle axe Oy''.
- Une dernière rotation φ_2 autour de l'axe Oz' (DN) qui va transformer la direction Ox' à une nouvelle direction Ox'' et la direction Oy'' à une nouvelle direction Oy'''.

Enfin on peut dire que les trois axes de cristallite Ox'', Oy''' et Oz' deviennent en parallèle aux axes DL, DT et DN respectivement.

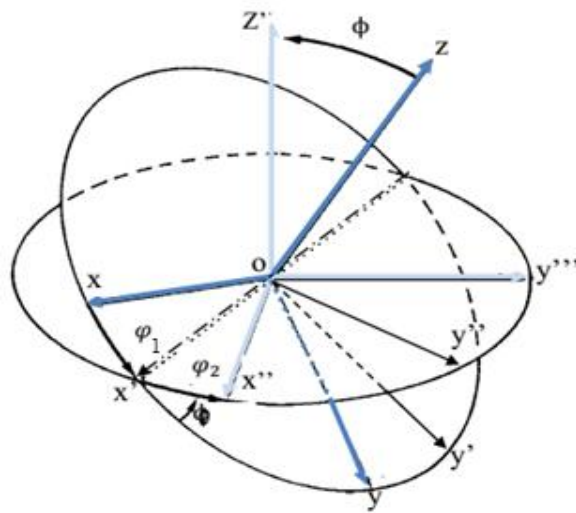


Figure I.B.2: Représentation schématique des rotations d'Euler en convention de Bunge [Wang 2003].

Chapitre I.B: Notions fondamentales sur la texture cristallographique dans les matériaux hexagonaux

Les trois angles d'Euler peuvent être représentés par un point dans un système tridimensionnel de coordonnées cartésiennes où l'espace défini est appelé espace des orientations (ou espace d'Euler) dans lequel chaque point représente une orientation cristalline g (voir fig.I.B.3).

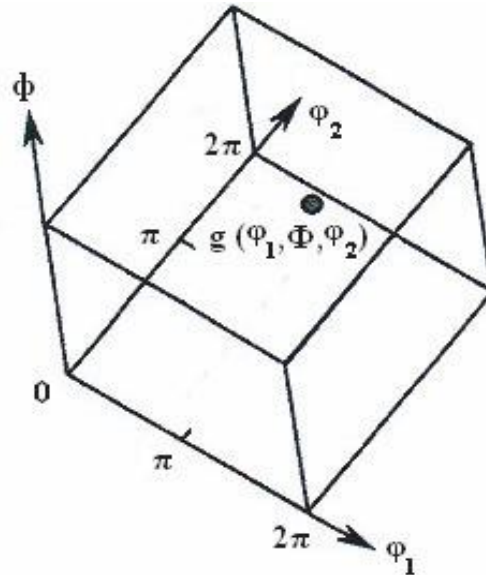


Figure I.B.3: Définition de l'espace d'Euler [Wang 2003].

I.B.1.2 Représentation de l'orientation à l'aide des indices de Miller

Pour représenter les plans et les directions cristallographiques dans les matériaux à structure hexagonale, il y a deux notations :

- Notation de Miller : Cette notation est basée sur 3 vecteurs unitaires a_1 , a_2 et c , là où les plans et les directions cristallographiques sont donnés par (HKL) et $\langle UVW \rangle$ respectivement.
- Notation de Miller-Bravais : Cette notation basée sur 4 vecteurs unitaires a_1 , a_2 , a_3 et c . Dans ce système les plans et les directions cristallographiques sont donnés par (hkil) et $\langle uvtw \rangle$ respectivement.

L'orientation de la cristallite g peut être représentée par son plan ((hkil) ou (HKL)) et sa direction cristallographique ($\langle uvtw \rangle$ ou $\langle UVW \rangle$) respectivement parallèle à un plan (DL, DT) et à une direction de laminage DL d'un matériau hexagonal, notée [Wang 2003] : $g = (hkil)\langle uvtw \rangle$.

I.B.2 Relation entre les indices de Miller-Bravais et les angles d'Euler

Pour exprimer les composantes de texture dans le système hexagonal, il est nécessaire de trouver le changement entre les deux systèmes cubique et hexagonal. Dans le

Chapitre I.B: Notions fondamentales sur la texture cristallographique dans les matériaux hexagonaux

système cubique, les directions $[100]$, $[010]$ et $[001]$ sont respectivement parallèles aux axes X , Y et Z , mais dans le cas d'un système hexagonal, les directions $[10\bar{1}0]$, $[11\bar{2}0]$ et $[0001]$ sont respectivement parallèles aux axes X_1 , X_2 et X_3 (voir fig.I.B.4). Pour cette raison, le système Bunge ; la relation entre l'orientation $g(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ et les indices $(hkl) \langle uvw \rangle$, peut être exprimée par [Wang 2003]:

$$\begin{bmatrix} h \\ k \\ i \\ l \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{\sqrt{3}}{2} & \frac{-1}{2} & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ -\frac{\sqrt{3}}{2} & \frac{-1}{2} & 0 \\ 0 & 0 & c/a \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sin\varphi_2 \sin\phi \\ \cos\varphi_2 \cos\phi \\ \cos\phi \end{bmatrix} \quad (\text{I.B.1})$$

$$\begin{bmatrix} u \\ v \\ t \\ w \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{2}{3} & \frac{-1}{3} & 0 \\ 0 & \frac{2}{3} & 0 \\ -\frac{2}{3} & \frac{-1}{3} & 0 \\ 0 & 0 & c/a \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \cos\varphi_1 \cos\varphi_2 - \sin\varphi_1 \sin\phi \\ -\cos\varphi_1 \cos\varphi_2 - \sin\varphi_1 \cos\varphi_2 \cos\phi \\ \sin\varphi_1 \sin\phi \end{bmatrix} \quad (\text{I.B.2})$$

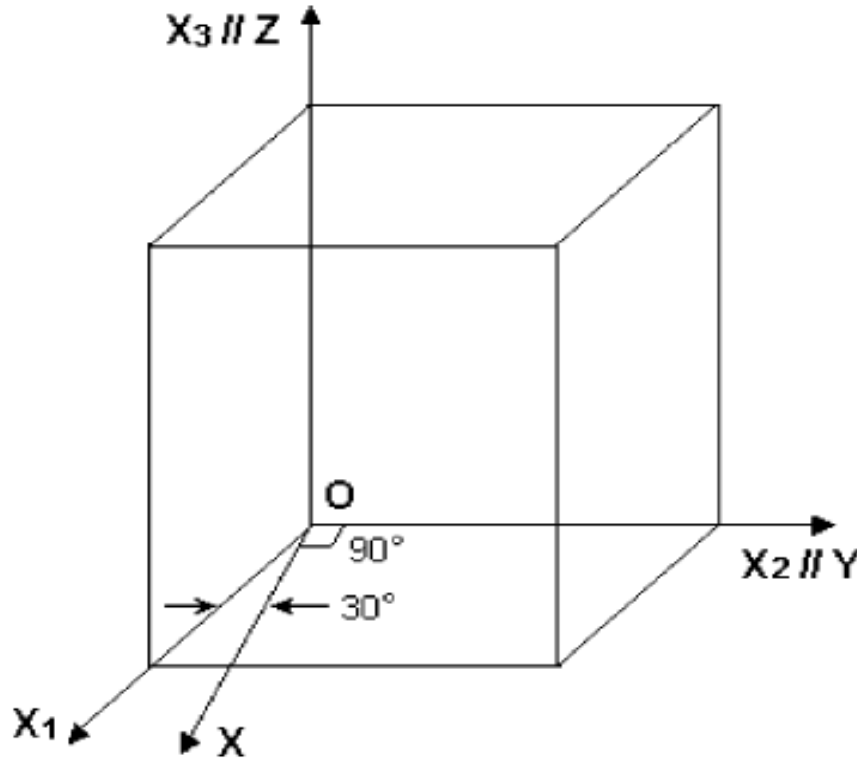


Figure I.B.4: Illustration schématique des axes de deux systèmes, hexagonal et cubique
[Wang 2003]

I.B.3 Représentation de texture dans un matériau hexagonal

I.B.3.1 Figure de pôle directe (PF)

La figure de pôles directe est une projection stéréographique bidimensionnelle de distribution des densités de pôles d'une famille de plan $\{hkil\}$ dans toutes les directions en respectant le référentiel lié à l'échantillon. Cette figure indique la variation de densité du pôles du plan $\{hkil\}$ étudiée et son orientation par rapport aux axes du référentiel d'échantillon. Le plan cristallographique $\{hkil\}$ dans toutes directions de l'échantillon est donnée par le couple (α, β) ($\alpha \in [0, 90^\circ]$ et $\beta \in [0, 360^\circ]$).

Le principe de la projection stéréographique est comme suit (voir fig.I.B.5) :

- Avant tout, l'origine du référentiel lié à l'échantillon représente le centre de la sphère et après, la direction perpendiculaire au plan $\{hkil\}$ traverse le centre et la demi-sphère supérieure au point P_1 .
- La ligne qui relie le point P_1 avec le pôle sud traverse le plan de projection en le point P_2 qui représente le pôle du plan étudié.

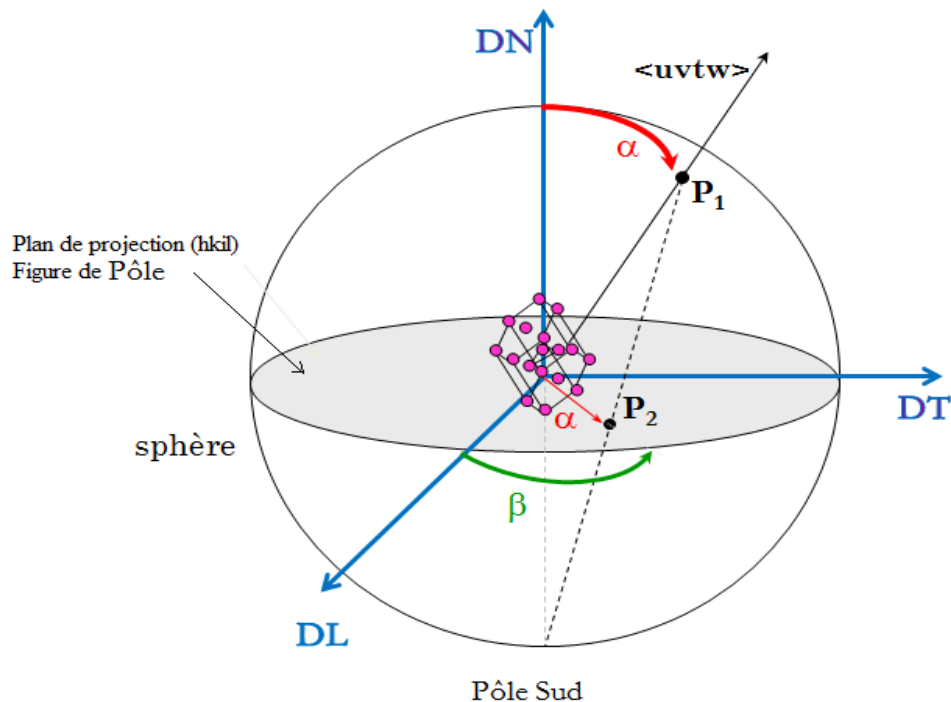


Figure I.B.5 :Principe de la projection stéréographique.

La figure I.B.6 représente les figures de pôles idéales de certaines composantes de texture les plus importantes dans les matériaux hexagonaux avec $c/a = 1.633$. Ces composantes ont été simulées par Wang et Huang [Wang 2003]. Ces figures sont

Chapitre I.B: Notions fondamentales sur la texture cristallographique dans les matériaux hexagonaux

extrêmement convenables pour le magnésium et ses alliages puisque leur valeur du rapport c/a est proche de 1.624.

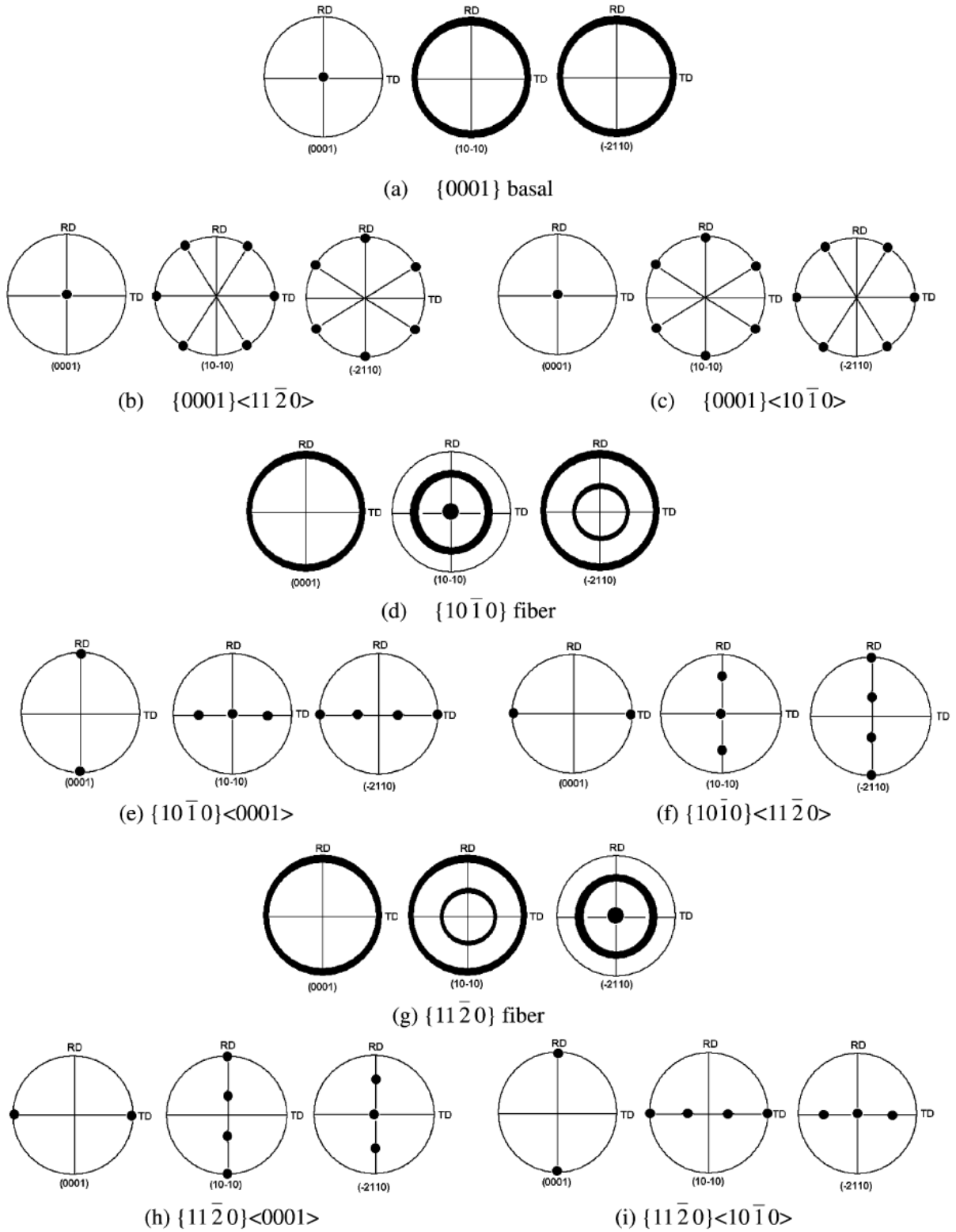


Figure I.B.6: Figures de Pôles idéales de certaines composantes de texture dans le magnésium et ses alliages avec $c/a=1.624$ [Wang 2003].

I.B.3.2 Figure de pôle inverse (IPF)

Cette figure est représentée par un triangle où le système référentiel lié à l'échantillon est projeté dans le système lié à la cristallite. Cette projection permet de présenter l'orientation du système de coordonnées de l'échantillon par rapport au système de coordonnées du cristal [Engler 2010].

Al-Samman *et al.* [Al-Samman 2010] ont représenté la localisation de tous les pôles possibles dans le magnésium en utilisant la figure de pôle inverse comme nous présente la figure I.B.7.

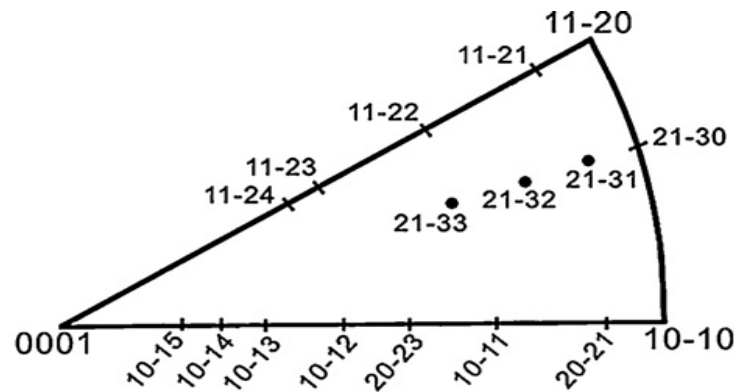


Figure I.B.7:Représentation de tous les pôles possibles dans le magnésium [Al-Samman 2010].

I.B.3.3 Fonction de distribution des orientations cristallines (ODF)

Pour faire une étude quantitative et complète sur la texture d'un matériau métallique, il est nécessaire d'introduire un nouveau concept qui est la Fonction de distribution des orientations cristallines $f(g)$ (FDOC en français, ODF en anglais). Elle est définie par [Engler 2010]:

$$\frac{dV}{V} = f(g)dg \quad (\text{I.B.3})$$

avec :

$$dg = \frac{1}{8\pi^2} \sin\varphi_1 d\phi d\varphi_1 d\varphi_2$$

où V est le volume total de l'échantillon et dV est le volume d'orientation dans l'élément de volume dg centré sur g .

D'une manière indirecte, la FDOC doit être calculée à partir des figures de pôles expérimentales sur la base de quelques méthodes telles que la méthode vectorielle [Ruer 1977, Vadon 1981] et la méthode harmonique [Roe 1965].

Chapitre I.B: Notions fondamentales sur la texture cristallographique dans les matériaux hexagonaux

La représentation de la fonction de distribution des orientations cristallographiques en trois dimensions n'est pas facile à interpréter, pour cette raison, elle est décomposée en coupes bidimensionnelles généralement de 5° en φ_2 . Dans le cas d'un matériau à symétrie hexagonale comme le magnésium et ses alliages, les sections 0 et 30° sont suffisantes pour obtenir toutes les composantes de texture. Wang et Huang [Wang 2003] ont simulé les positions idéales de FDOC depuis la sélection de l'angle φ_2 comme nous montre la figure I.B.8.

Le tableau I.B.2 présente selon Bunge [Bunge 1982] toutes les composantes de texture dans les matériaux hcp.

Tableau I.B.2: Composantes de texture dans les matériaux hcp en convention de Bunge [Wang 2003].

Composantes de texture	$\varphi_2(^{\circ})$	$\Phi(^{\circ})$	$\varphi_1(^{\circ})$
Fibre basale $\{0001\}$	0-60	0	0-90
Fibre basale $\{hkil\}$	$[2-1-10][hki0]$	$[0001][hkil]$	0-90
$\{0001\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$	0/60 $\varphi_1 + \varphi_2 = 60$	0	0.60/0.60 $\varphi_1 + \varphi_2 = 60$
$\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	0/30 $\varphi_1 + \varphi_2 = 30$	0	0.90/0.60 $\varphi_1 + \varphi_2 = 30$
Fibre $\{10\bar{1}0\}$	30	90	0-90
$\{10\bar{1}0\} \langle 0001 \rangle$	30	90	90
$\{10\bar{1}0\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	30	90	0
Fibre $\{11\bar{2}0\}$	0/60	90	0-90
$\{11\bar{2}0\} \langle 0001 \rangle$	0/60	90	90
$\{11\bar{2}0\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$	0/60	90	0

Chapitre I.B: Notions fondamentales sur la texture cristallographique dans les matériaux hexagonaux

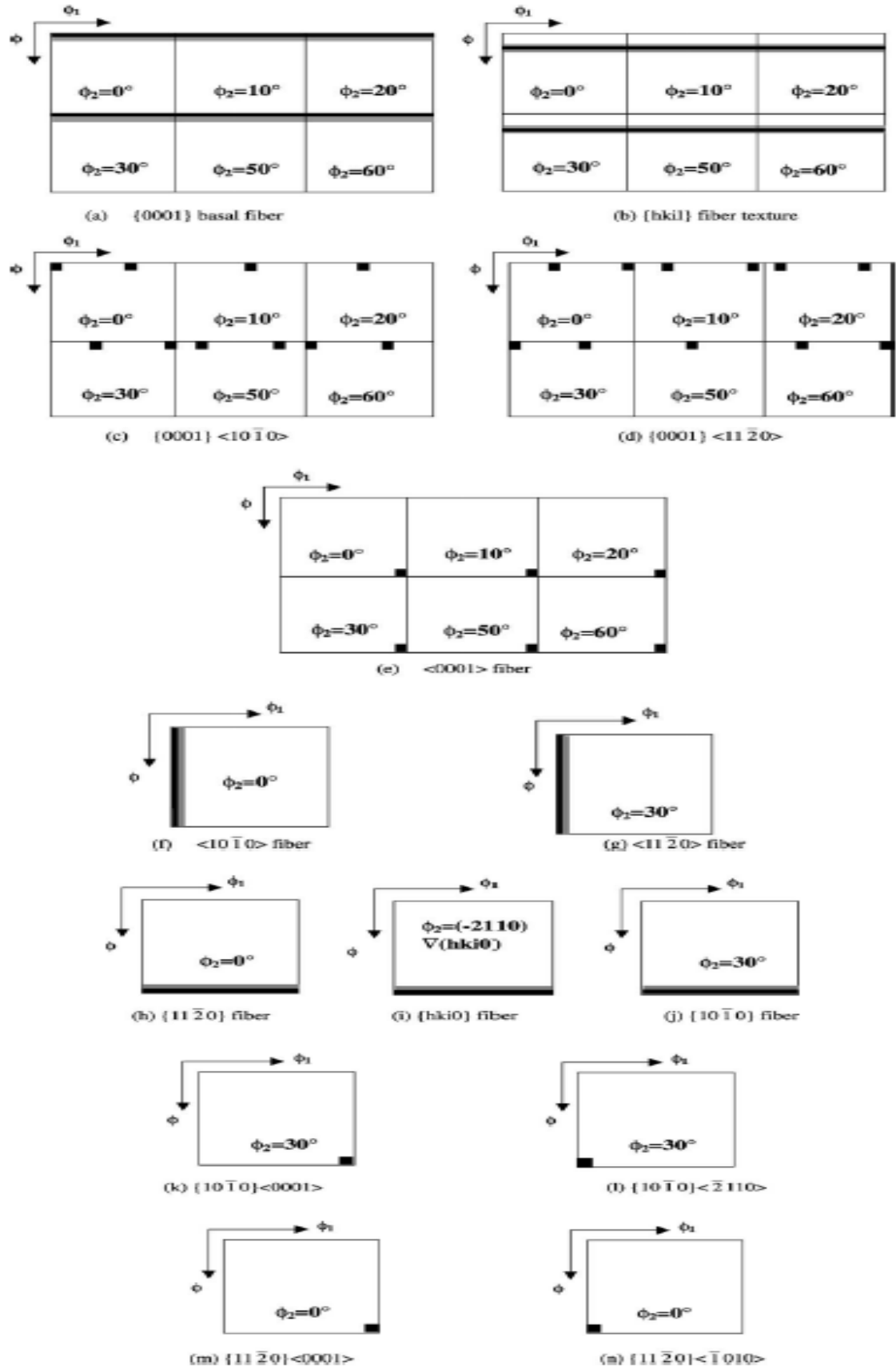


Figure I.B.8: Représentation des positions idéales de FDOC dans la structure hcp [Wang 2003].

I.B.4 Texture de déformation et recristallisation des matériaux hexagonaux

La texture cristallographique se subdivise en deux types sur la base de la manière dont elle a été formée. Le premier type s'appelle texture de déformation, et le second est la texture de recristallisation ou texture de recuit.

I.B.4.1 Texture de déformation

Les études récentes sur l'évolution de la texture dans les matériaux à structure hexagonale après déformation plastique sont limitées par rapport aux matériaux cubiques. Néanmoins, plusieurs chercheurs ont concrétisé leurs recherches sur l'amélioration des propriétés des matériaux par la modification de texture à l'aide des procédés thermomécaniques.

Les facteurs qui déterminent la texture de déformation d'un matériau sont : le procédé de mise en forme, la texture initiale, la composition chimique de l'alliage déformé et les traitements thermiques. En outre, le bon choix des paramètres de déformation peut générer une texture aléatoire dans les matériaux hcp tels que les alliages de magnésium [Basu 2014, Al-Samman 2008].

Jusqu'à aujourd'hui, plusieurs tentatives ont été effectuées dans l'objectif d'altérer la texture indésirable du glissement basal et le maclage cristallographique qui sont les plus dominants à basse température. Nous citons en bref quelques travaux déjà effectués sur la texture de déformation du Mg et ses alliages.

Al-Samman et Gottstein [Al-Samman 2007] ont effectué un travail dans le but d'évaluer l'évolution de la texture de Mg pur après déformation par PSC. Ils ont observé que la texture formée est nettement différente de celle obtenue à basse température où l'axe cristallographique c devient parallèle à la direction TD simultanément avec la diminution de la vitesse de déformation et l'augmentation de la température.

Muller *et al.* [Muller 2006] ont observé que le Mg pur extrudé développe une double texture fibreuse, $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ et $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ où l'intensité de celles-ci dépend fortement des conditions de déformation.

Gottstein et Al-Samman [Gottstein 2005] ont étudié l'évolution de texture de l'alliage AZ31 après déformation par PSC avec différentes textures initiales. Ils ont constaté que l'augmentation de la température de déformation jusqu'à 200° améliore la ductilité à cause de l'activation thermique du glissement pyramidale $\langle c + a \rangle$.

Chapitre I.B: Notions fondamentales sur la texture cristallographique dans les matériaux hexagonaux

Xu *et al.* [Xu 2007] ont réalisé un travail dans l'objectif de voir l'évolution de la texture et les propriétés mécaniques de l'alliage Mg–Zn–Y–Zr extrudé à 390°C en ajoutant l'élément d'addition Y avec différentes proportions. Ils ont observé que le pôle basal était incliné de la direction normale vers la direction transversale avec l'augmentation de la proportion de l'élément Y. Parallèlement, une diminution considérable de l'élongation de l'alliage de 16 à 13.1% a été obtenue. Ils ont attribué l'affaiblissement de la ductilité à la présence des particules des deuxièmes phases qui sont $Mg_3-Zn_3-Y_2$ et Mg_3-Zn_6-Y .

Yang *et al.* [Yang 2011] ont fait un travail sur l'alliage Mg–12Gd–3Y–0.5Zr (% en poids) hyper déformé par la technique ECAP jusqu'à quatre passes. Ils concluent que l'amélioration de la ductilité est attribuée à l'existence de bandes de cisaillements alors que l'amélioration de la résistance mécanique de l'alliage est associée à l'affinement de tous les grains de la matrice ainsi qu'aux particules des deuxièmes phases. Ils ont ajouté aussi que l'alliage montre une texture aléatoire pendant les quatre passes.

En 2013, Gall *et al.* [Gall 2013] ont effectué une étude élargie sur deux alliages AZ31 et ME21 lesquels sont extrudés. D'après leurs résultats, ils ont trouvé que le pôle basal respectivement incliné vers TD et ED dans AZ31 et ME21. Le double pic de pôle basal vers ED est attribué à l'activation des glissements non basaux $\langle c + a \rangle$ [Agnew 2005, P-Prado 2004] durant une déformation large et à la croissance de grains. D'autre part, ils ont trouvé d'après les tests de tension qu'à température ambiante l'alliage AZ31 montre moins d'anisotropie que l'alliage ME21 grâce à l'activation de macles de tension $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$ dans AZ31 et l'activation de glissement basal $\langle a \rangle$ dans ME21.

Meng *et al.* [Meng 2014], ont effectué un travail dans l'objectif d'étudier l'évolution de la texture et la microstructure de l'alliage Mg–3.4Zn (at.%) hyper déformé par la technique HPT. Ils ont observé qu'après trois tours, les valeurs de microdureté et les intensités des pics relatifs $I/I_{(10-10)+(0001)+(11-20)}$ se stabilisent. Toutes les intensités des plans $((10\bar{1}0), (0001) \text{ et } (11\bar{2}0))$ $I/I_{(10-10)+(0001)+(11-20)}$ s'approchent des valeurs de texture aléatoire avec une petite déviation des valeurs de l'intensité des plans (0001) et $(10\bar{1}0)$ probablement associé à la texture de cisaillement induit par HPT [Beausir 2007, Bonarski 2008].

I.B.4.2 Texture de recristallisation

Jusqu'à maintenant la grande modification de la texture dans les alliages de magnésium tels que les alliages qui contiennent les éléments de terre rares RE a été associée spécialement au changement de la texture de recristallisation et non à celle de déformation [Al-Samman 2011, Stanford 2008, Mackenzie 2008]. En revanche l'ajout des éléments terres rares n'est pas toujours suffisant pour modifier la texture de recristallisation et même la texture de déformation. Le niveau de changement de texture de recristallisation est fortement associé avec la sélection de l'élément terre rare et la température de recuit.

Basu *et al.* [Basu 2013] ont effectué une étude sur l'évolution de la texture et microstructure de deux alliages binaire Mg-1%Ce et Mg-1%Gd (% en poids). Après laminage sévère (à 450°C) d'une seule passe de 80% de réduction d'épaisseur et de recuit thermique à une température variant entre 250 à 450°C. Premièrement, ils ont observé dans les deux alliages une inclinaison de pôle basal vers RD d'environ $\pm 20^\circ$ sans distribution vers la direction transversale TD. Lorsque la température de recuit varie entre 250 à 300°C, aucun changement significatif n'a été observé, alors que des modifications significatives de la texture entre 350 et 450°C ont été observées grâce à l'activation de la recristallisation dans les deux alliages. Pour l'alliage qui contient Ce, le double pic est remplacé par un seul pic à cause de la présence de la phase $Mg_{12}Ce$ qui retardait l'activation de la recristallisation [Humphreys 2003, Stanford 2010A]. Pour le deuxième alliage qui contient l'élément Gd le double pic a été remplacé par une inclinaison appréciable de pôle basal loin de la direction normale (entre 20 à 60°) vers les deux directions TD et RD (formation de texture fibreuse). La présence de la texture fibreuse dans le deuxième alliage a été attribuée à la croissance de grains avec l'augmentation de la température.

Un autre travail effectué par Basu et Al-Samman en 2014 [Basu 2014] avait pour objectif de compléter leur travail précédent (voir au-dessus) [Basu 2013]. Les auteurs ont tenté, sur la base de résultats précédents, de connaître les effets des éléments d'addition tels que Zr et Zn sur la modification de la texture des deux alliages quaternaires Mg-1Zn-1Ce-0.6Zr et Mg-1Zn-1Gd-0.6Zr (% en poids). Ils ont observé une texture fibreuse dans les deux alliages quand la température de recuit dépasse 300°C avec la disparition de la composante de texture autour de la direction ND dans le deuxième alliage (qui contient Gd). En revanche cette composante dans le premier alliage disparaît à 450°C. Ils ont relié

Chapitre I.B: Notions fondamentales sur la texture cristallographique dans les matériaux hexagonaux

la modification importante de texture dans les deux alliages quaternaires à la trainée du soluté (Solute Drag) et à l'existence de bandes de cisaillement.

L'évolution de la texture après extrusion indirecte et recuit thermique de l'alliage Mg-1Gd a été examinée par Wu *et al.* [Wu 2014]. Ils ont observé que toutes les régions non recristallisées sont orientées de façon que leurs directions $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ soient parallèles à la direction d'extrusion ED [Azeem 2010]. Néanmoins, ils ont observé aussi durant le stade du recuit thermique entre 350 à 500°C une croissance progressive de grains ce qui induit au développement graduel de la composante de texture RE $\langle \bar{2}1\bar{1}1 \rangle$ au détriment de la composante $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ avec la hausse de la température. Ils ont associé aussi la force motrice responsable à la croissance des grains recristallisés, d'une part à l'énergie stockée entre les grains ayant l'orientation $\langle \bar{2}1\bar{1}1 \rangle$ et ceux ayant l'orientation $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ et d'autre part, à la résurgence de la composante $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ après un long temps de recuit thermique.

Un travail effectué par Zhu *et al.* [Zhu 2014] qui avait pour objectif de comprendre l'effet de l'élément d'addition Yttrium (Y) et Néodyme (Nd) sur la texture de l'alliage Mg-5Li-1Al laminé à 473°C. A cet effet, trois alliages ont été déformés (Mg-5Li-1Al, Mg-5Li-1Al-0.5Nd et Mg-5Li-1Al-0.5Y (% en poids)). Ils ont remarqué dans le premier alliage, que le pôle basal incliné d'environ 25-30° vers TD, alors que le pôle basal respectivement incliné de 70° et 35° dans les deux derniers alliages (qui contenaient Nd et Y respectivement) [Stanford 2010B]. Cette inclinaison reliée à la recristallisation dynamique à travers le mécanisme PSN (Particule Stimulated Nucleation) avait provoqué l'activation de systèmes non basaux.

En revanche, le développement de la texture n'est pas assez important dans les alliages conventionnels de magnésium tels que dans la série AZ. Alili *et al.* [Alili 2013] ont effectué un travail sur l'évolution de la texture après laminage à chaud et recuit thermique de l'alliage AZ31. Ils ont mentionné qu'après le laminage le pôle basal est incliné d'environ 35° vers la direction de laminage RD. Après recuit thermique, la texture de recuit garde celle de déformation avec une distribution des pôles basaux au alentour de son orientation idéale grâce à la croissance des grains recristallisés dynamiquement. Abdessameud *et al.* [Abdessameud 2009] ont mentionné l'existence d'une texture quasi-identique avec une seule différence dans l'intensité du pôle basal.

PARTIE C:

**Evolution microstructurale et
phénomène de recristallisation et de
précipitation lors d'une déformation
plastique**

Chapitre I.C: Evolution microstructurale et phénomène de recristallisation et de précipitation lors d'une déformation plastique

Introduction

La déformation du matériau que ce soit à froid ou à chaud provoque un changement important dans la microstructure déformée grâce à l'augmentation de la densité de dislocations (i.e. augmentation de l'énergie stockée). Ce changement se développe sous deux effets. D'une part, il y a les conditions de déformation (vitesse, température...etc.), compositions chimiques et la technique de déformation. D'autre part, il y a les transformations de phases telles que la recristallisation et précipitations, qui sont aussi elles mêmes, affectées par les conditions de déformation, compositions chimiques. Pour qu'une transformation de phases puisse avoir lieu, une force motrice lui est nécessaire qui se traduit par un affaiblissement de l'enthalpie libre du système lors du passage d'un état donné à un autre et ce par réarrangement des atomes le constituant [Burke 1968].

En conséquence, après le traitement thermomécanique du matériau, le contrôle de la microstructure de l'état déformé et recuit est fréquent pour surveiller l'application pratique du matériau dans le domaine industriel ou autre.

I.C.1 Microstructure des alliages déformés plastiquement

Lorsqu'un matériau polycristallin subit une sollicitation mécanique extérieure, une déformation plastique se produit. Celle-ci est engendrée généralement par un mécanisme de glissement des dislocations et/ou par un maclage mécanique. Cette déformation permet de créer une évolution importante dans la microstructure qui s'appelle microstructure de déformation. D'après le taux de déformation, les grains du matériau se subdivisent et s'allongent le long de direction de contrainte, ce qui permet de créer une sous-structure de dislocation [Hughes 1991, Hughes 1995]. La subdivision des grains laisse une configuration cellulaire (blocs de cellules) constituée de "parois" à forte densité de dislocations entourant des volumes à faible densité de dislocations (voir fig.I.C.1)

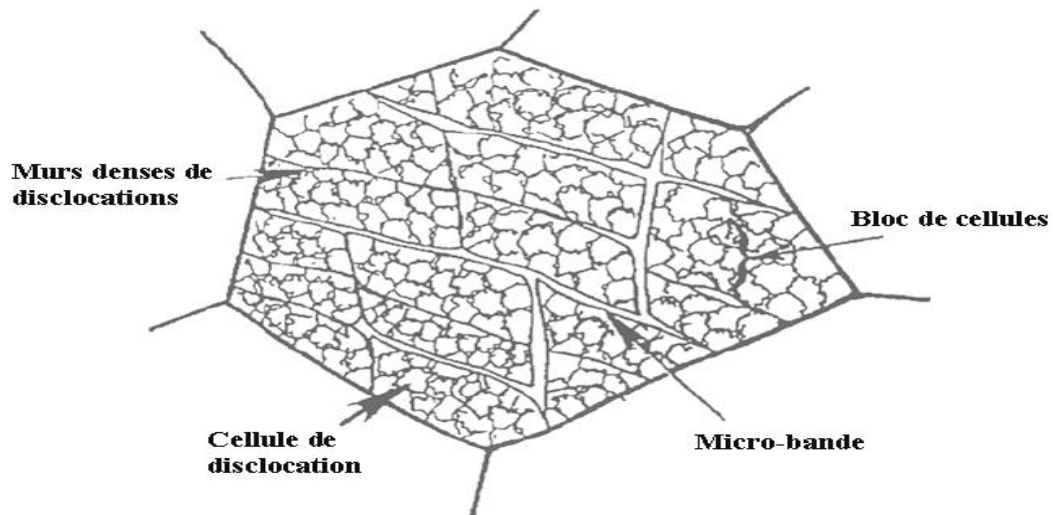


Figure I.C.1: Représentation schématique de la microstructure de déformation et subdivision de grains avec longue microbandes et murs denses de dislocations [Hughes 1997].

Tandis que la déformation plastique progresse, il y a une diminution importante de la taille des grains et des cellules qui sont accompagnées par affinement de parois des cellules pour former des sous-joints [Hatherly 1979]. Les joints de blocs des cellules sont nommés des murs denses de dislocations, DDW (Dense Dislocations Walls) [Hansen 1990]. Ceux-ci après de forts taux de déformation se développent en bandes caractéristiques de dislocation, qui se classifient en, bandes de cisaillement, bandes de transition ou des microbandes.

- Bandes de cisaillement qui sont inclinées fréquemment d'environ 20 à 40° par rapport à la direction de déformation où il y a une grande concentration de contraintes de cisaillement. Elles sont d'épaisseur d'environ 0,1 à 2 μm et de longueur 10 à 100 μm [Humphreys 1995], et dont l'épaisseur de la bande de cisaillement dépend fortement de la taille des grains et de l'échantillon.
- Bandes de transition qui souvent sont parallèles à la direction de déformation et elles sont adaptées à des désorientations supérieures à 20°. Celles-ci composées par un ensemble de microbandes, séparant des zones adjacentes fortement désorientées d'un même grain.
- Microbandes constituées par des cellules de dislocations de tailles plus faibles que la valeur moyenne des cellules de dislocations au sein du même matériau.

Quand un matériau est soumis à une déformation plastique, sa microstructure est caractérisée par une énergie stockée remarquable sous forme de défauts structuraux tels que

Chapitre I.C: Evolution microstructurale et phénomène de recristallisation et de précipitation lors d'une déformation plastique

: défauts ponctuels (lacunes et interstices), linéaires (dislocations), surfaciques (défauts d'empilement, macles et sous grains), et défauts volumiques (amas de lacunes, précipités).

Une certaine énergie introduite (1 à 10%) est à l'intérieur du matériau déformé sous forme de dislocations. Celles-ci jouent un rôle très important grâce à la mobilité des joints de grains pendant le phénomène de recristallisation lors des traitements thermiques. L'énergie stockée est donnée approximativement par l'équation suivante [Humphreys 1995]:

$$E = E_{dislocations} + E_{sous-joint} \quad (I.C.1)$$

avec: $E_{dislocation} = c\rho Gb^2$ et $E_{sous-joint} = \frac{\alpha\gamma_s}{R}$

Où ρ est la densité de dislocations, G est le module de cisaillement, b est le vecteur de Burgers, c est une constante sans dimension de l'ordre de 0.5, R le rayon des sous-grains, α un facteur géométrique et γ_s est l'énergie de sous-joints de Read-Shockley donnée par l'équation suivante [Read 1953]:

$$\gamma_s = \gamma_m \left(\frac{\theta}{\theta_m} \right) \left[1 - \ln \left(\frac{\theta}{\theta_m} \right) \right] \quad (I.C.2)$$

Où γ_m et θ_m sont respectivement l'énergie du joint de grains et la désorientation maximale pour un joint à faible angle ($\theta_m < 15^\circ$).

Humphreys et Hatherly [Humphreys 2004] ont mentionné dans leur travail que l'énergie stockée libérée par analyse enthalpique différentielle (DSC) est l'aire en dessous du pic de recristallisation. L'enthalpie de recristallisation correspond à la quantité d'énergie stockée lors de la déformation. Cette énergie est reliée directement aux défauts résultants lors de la déformation telles que les dislocations et les lacunes [Humphreys 1995].

I.C.2 Phénomène de recristallisation

Les transformations de phases (la recristallisation à titre d'exemple) par définition sont des réactions qui s'accompagnent d'une modification très importante dans la nature ou/et dans le nombre de phases existantes dans la microstructure du matériau. Au cours de la déformation ou recuit d'un matériau, le phénomène de recristallisation peut avoir lieu au sein de la microstructure par la production des nouveaux grains avec des tailles fréquemment instables. Ce changement entraîne un développement considérable au niveau de la texture cristallographique qui est différente de celle avant la déformation.

I.C.2.1 Restauration

En général, la restauration est une opération de réarrangement des sous-joints et d'annihilation de dislocations au cours d'un traitement thermique sans aucune modification dans la microstructure. La restauration accompagnée par une relaxation de l'énergie stockée au cours de la déformation (restauration dynamique) ou après déformation (restauration statique). Ce phénomène peut être influencé par le taux de déformation, la température de recuit et les caractéristiques du matériau (éléments en solution solide, énergie de faute d'empilement et précipités).

I.C.2.2 Recristallisation

La recristallisation est un phénomène de formation et de migration des joints de grains sous l'effet de l'énergie stockée [Haessner 1978], qui permet de créer des nouveaux grains non déformés à côté de grains déformés. La recristallisation est accompagnée couramment par une réduction de la rigidité et de dureté, en même temps une augmentation de la ductilité du matériau [Doherty 1997]. La figure I.C.2 illustre les différentes étapes de restauration et de recristallisation.

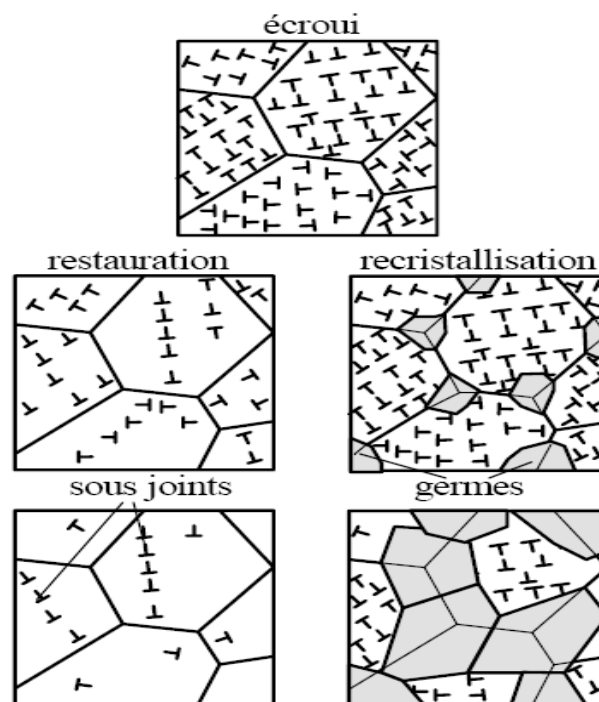


Figure I.C.2: Illustration schématique du phénomène de restauration et de recristallisation [Doherty 1997].

Chapitre I.C: Evolution microstructurale et phénomène de recristallisation et de précipitation lors d'une déformation plastique

Selon l'ordre du processus de recristallisation, avant ou après les opérations de mise en forme, on peut en distinguer deux types : statique et dynamique.

- Recristallisation statique

Quand un matériau déformé et subséquemment traité thermiquement (traitement de recuit) la recristallisation statique peut avoir avec une apparition de nouveaux grains dans les sites à forte densité d'énergie de défauts, simultanément une migration de joints de grains à forte désorientation sous l'effet de l'énergie stockée qui agit en force motrice [Doherty 1997]. Dans le cas de déformation plastique à froid, la recristallisation statique peut entraîner d'un côté, l'amélioration de la ductilité après le traitement de recuit et d'un autre côté, l'affinement de la microstructure du matériau déformé.

- Recristallisation dynamique

Au cours de déformation à chaud ou à froid, la recristallisation dynamique (DRX) peut avoir lieu durant la déformation. Une augmentation régulière de la densité de dislocations dans les grains et les sous grains, qui permet éventuellement à la formation et le développement des nouveaux germes (petits grains).

Le processus de recristallisation dynamique (DRX) peut être classifié en deux catégories : continue (CDRX pour Continuous Dynamic Recrystallization) et discontinue (DDRX pour Discontinuous Dynamic Recrystallization). La première catégorie permet la formation de joints de grains à grande désorientation, HAGBs (High Angle Grain Boundaries) dont la force motrice réside principalement dans les mouvements de dislocations activées thermiquement ce qui permet de faire un réarrangement et annihilation de dislocations [Ion 1982]. Quant à la deuxième catégorie, les joints à faible désorientation, LAGBs (Low Angle Grain Boundaries) sont convertis en HAGBs dont la force motrice réside dans la différence de densité de dislocation entre la nouvelle structure et la structure déformée [Gottstein 2004]. D'après Ion *et al.* [Ion 1982], l'activation de la recristallisation dynamique dans l'alliage Mg-8Al (% en pds.) pendant la déformation à chaud peut être attribuée à la contrainte imposée et par le manque de systèmes de glissement activés.

Afin d'évaluer l'énergie d'activation de transformation lors d'un traitement isochrone, telles que la recristallisation et la précipitation, l'énergie d'activation de celles-ci pourrait être déterminée en utilisant trois méthodes analytiques, Kissinger [Kissinger 1957], Boswell [Boswell 1980] et Ozawa [Ozawa 1992], selon les équations suivantes respectivement :

Chapitre I.C: Evolution microstructurale et phénomène de recristallisation et de précipitation lors d'une déformation plastique

$$\ln \frac{V}{T_p^2} = C - \frac{E}{RT_p} \quad (\text{I.C.3})$$

$$\ln \frac{V}{T_p} = C - \frac{E}{RT_p} \quad (\text{I.C.4})$$

$$\ln V = C - \frac{E}{RT_p} \quad (\text{I.C.5})$$

Où V est la vitesse de chauffage, T_p est la température correspondant au maximum du pic, C une constante et R est la constante des gaz parfaits.

A partir de ces équations, on peut facilement déduire l'énergie d'activation des transformations à partir des exploitations des thermogrammes DSC. Cette énergie d'activation est le premier paramètre cinétique.

Lors des recuits isothermes, la cinétique de transformation de phases telles que la recristallisation et la précipitation pourraient être évaluées en utilisant l'équation modifiée de Johnson–Mehl–Avrami donnée par **[Ghosh 2011, Romero 2006]**:

$$\frac{dX}{dt} = k_0 f(X) \exp \left[\frac{-E}{RT} \right] \quad (\text{I.C.6})$$

Où E est l'énergie d'activation, k_0 est un coefficient, T est la température de traitement isothermique, t est le temps et f(X) est la fonction de la fraction transformée.

De plus, l'énergie d'activation et k_0 pourraient être facilement déterminées en utilisant l'équation suivante **[Ghosh 2011, Romero 2006]**:

$$\ln \frac{dX}{dt} = \ln[k_0 f(X)] - \frac{E}{RT} \quad (\text{I.C.7})$$

De même, Ligerio *et al* **[Ligerio 1991]** ont proposé une approche mathématique en se basant sur l'équation modifiée de Johnson–Mehl–Avrami, afin de déterminer l'énergie d'activation et le mécanisme qui caractérise cette transformation à travers des expériences non isothermes (isochrone) telle que la technique d'analyse calorimétrique différentielle, DSC. Cette approche consiste à sélectionner la même valeur de fraction recristallisée, X dans chaque expérience à différentes vitesses de chauffage, là il pourrait être une relation linéaire entre $\ln (dX/dt)$ et $1/T$, dont la pente donne l'énergie d'activation, E.

La fraction recristallisée, X pourrait être déterminée lors d'un traitement isochrone suivant la relation proposée par Benchabane *et al.* **[Benchabane 2008]** où, le cuivre a été laminé jusqu'à 70% (voir fig.I.C.3):

$$X = \frac{A_T}{A} \quad (\text{I.C.8})$$

Chapitre I.C: Evolution microstructurale et phénomène de recristallisation et de précipitation lors d'une déformation plastique

Où A_T ($A_T=S_T$) est l'aire entre le début de pic et la température choisie, T et A c'est l'aire totale du pic.

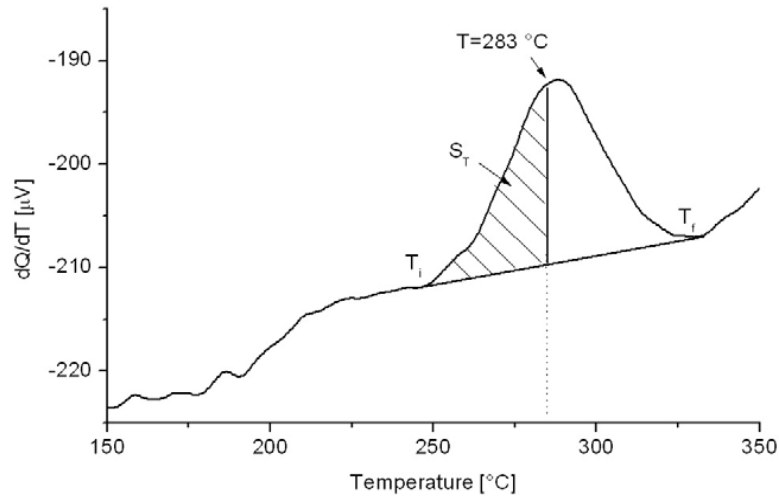


Figure I.C.3 : Thermogramme DSC lors de chauffage linéaire à 20°C/min, d'un cuivre laminé à 70% [Benchabane 2008].

Quand l'énergie d'activation est déduite, il est possible de calculer les valeurs de $\ln [k_0f(X)]$ pour chaque fraction recristallisée à différentes vitesses de chauffage. D'après la courbe de $\ln [k_0f(X)]$ en fonction de X , on peut sélectionner plusieurs paires X_1 et X_2 qui satisfont la condition, $\ln [k_0f(X_1)] = \ln [k_0f(X_2)]$ [Ligero 1991, Romero 2006]. Le paramètre d'Avrami qui caractérise la transformation pourrait être calculé en utilisant l'expression suivante [Ligero 1991, Romero 2006]:

$$n = \frac{\ln[\ln(1 - X_2) / \ln(1 - X_1)]}{\ln[(1 - X_2) / \ln(1 - X_2) / (1 - X_1) / \ln(1 - X_1)]} \quad (\text{I.C.9})$$

I.C.3 Croissance des grains

En tous cas, il y a deux types de croissance des grains, le premier c'est la croissance normale et la deuxième la croissance anormale (appelée aussi recristallisation secondaire).

- Croissance normale

Durant et après la croissance des grains, on peut dire qu'il y a une croissance normale et presque identique des grains recristallisés sous l'effet de la température. Dans la littérature, la cinétique de la croissance normale des grains sous des conditions de recuit isotherme est donnée par l'expression suivante [Haiou 2000]:

$$d^n = d_R^n + kt \quad (\text{I.C.10})$$

Chapitre I.C: Evolution microstructurale et phénomène de recristallisation et de précipitation lors d'une déformation plastique

Où d_R est la taille des grains recristallisés, k est une constante dépendant de la température et n est l'exposant de la croissance de grains, où n peut prendre la valeur de 2, c'est à dire qu'il n'y a pas d'effet de ralentissement causé par des particules, ou 3, 4 et 5 dépendant du mécanisme de croissance des particules par diffusion en volume ou aux joints de grains.

Spécifiquement, la croissance des germes au cours de la recristallisation aux bandes de cisaillements dépend des critères suivants [Basu 2014]:

- La force motrice créée par l'énergie stockée de déformation.
- Pourcentage des joints à grand angle de désorientation HAGB_s.
- L'effet de trainée du soluté (Solute Drag Effect).

- Croissance anormale

Pendant ce type de croissance, on distingue plusieurs grains recristallisés qui croissent de façon inhabituelle où leurs tailles sont plus grandes que les autres grains.

La figure I.C.4 illustre schématiquement les deux types de croissance normale et anormale.

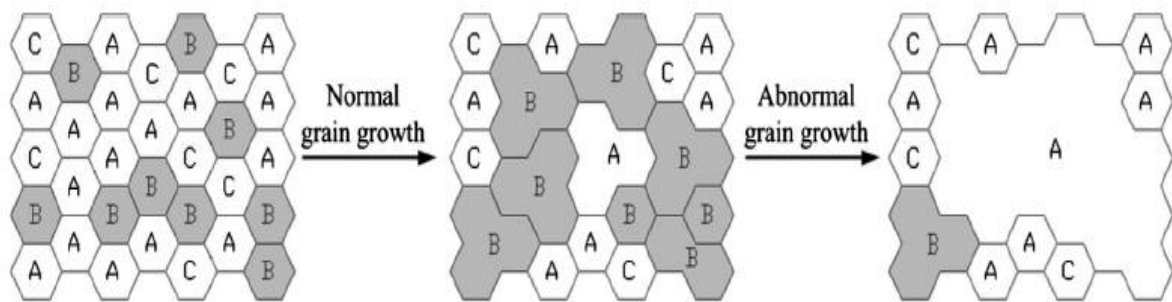


Figure I.C.4 : Illustration schématique de croissance normale et anormale des grains recristallisés [Wu 2014].

Wu *et al.* [Wu 2014] ont examiné l'évolution de la microstructure et de la texture de l'alliage Mg-1Gd extrudé à 350°C et recuit à une température 500°C pour différentes durées recuit de 1 jusqu'à 80 min. Ils ont trouvé quand $t < 80 \text{ min}$ les grains croissent de façon normale avec une taille des grains $D \leq 40 \mu\text{m}$, alors qu'à $t \geq 80 \text{ min}$ les grains croissent de façon anormale avec une taille de grain $D > 200 \mu\text{m}$.

I.C.4 Mécanismes de recristallisation

D'après de récents travaux [Hirsch 2013, Al-Samman 2011, Stanford 2008], la modification de la texture de recristallisation dans les alliages Mg-TR est associée

Chapitre I.C: Evolution microstructurale et phénomène de recristallisation et de précipitation lors d'une déformation plastique

principalement au changement de mécanismes de recristallisation. Jusqu'à présent, il y a cinq mécanismes de recristallisation dans les alliages à base de magnésium, qui sont :

- Germination stimulée par les particules (PSN)

Les particules de la deuxième phase de petites tailles $\sim 1 \mu m$, peuvent jouer deux fonctions très importantes dans la modification de la microstructure et texture du matériau, par ce qu'elles deviennent comme des sites pour la germination de la recristallisation et comme des obstacles aux mouvements des joints de grains, entraînant un retard de la recristallisation [Humphreys 2004].

Ce mécanisme a été bien décrit par Al-samman [Al-Samman 2013] qui a effectué une étude sur deux alliages extrudés à 400°C, le premier est ZK10 (Mg-1%Zn-0.4%Zr, % en Poids) et le deuxième ZWEK1000 (Mg-1%Zn-0.38%Zr-0.2%Nd avec quelques petites proportions de Ce, Gd et Y. % en poids). Il a trouvé d'une manière précise dans la microstructure de l'alliage ZWEK1000, que les grains autour des particules PSN (à l'extérieur du cercle) ont une taille $D \sim 5 \mu m$, alors que ceux situées à l'extérieur du cercle (loin de ces particules) ont une taille $D \sim 40 \mu m$ (voir fig.I.C.5). Dans un autre travail, Al-samman et Li [Al-samman 2011] ont trouvé que le recuit de l'alliage ZEK100 (Mg-0.78%Ce-0.68%Zn-0.18%Zr, % en poids) laminé à 400°C a provoqué la recristallisation par PSN.

Le diamètre critique d_g des particules qui permet de savoir la présence ou non du mécanisme de PSN peut être donné par l'expression suivante [Humphreys 1995]:

$$d_g = \frac{4DY_b}{3Y_s} \quad (I.C.11)$$

Où D est le diamètre moyen du sous-grain, Y_b est l'énergie du joint à grand angle de désorientation et Y_s est l'énergie du joint du sous-grain.

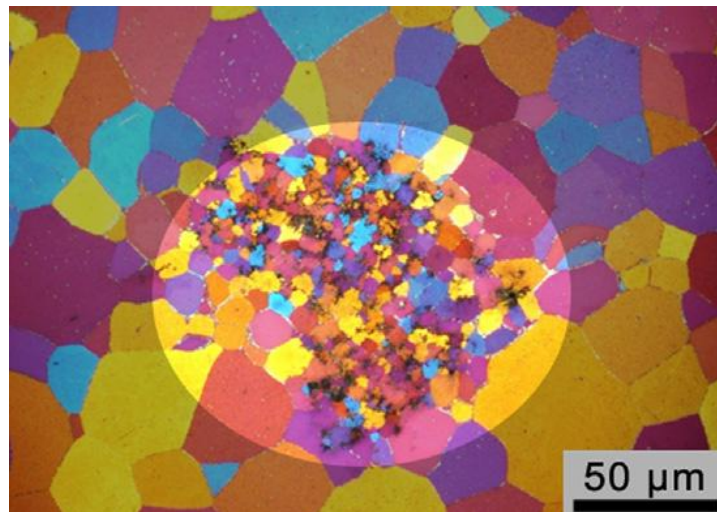


Figure I.C.5 : Microstructure de l'alliage ZWEK1000 extrudé à 400°C

[Al-Samman 2013].

- Germination aux joints de grain (GBN)

Quand un matériau subit une déformation plastique, la germination des nouveaux grains s'effectue dans les régions près des joints de grains (où le paramètre de maille varie de manière considérable) qui peuvent recevoir une grande partie de la déformation ce qui permet l'activation de systèmes de glissement non basaux [Ahlborn 1969].

- Germination aux bandes de cisaillement (SBN)

De nombreux types de bandes de cisaillement ont été proposées comme sites de germination pour la recristallisation dans les alliages à base de magnésium. Les bandes de cisaillements les plus courantes sont celles qui incluent les bandes en zigzag (Kink bands), formées par le glissement basal au sein de grains faiblement orientés [Ion 1982] et aussi par maclage de compression $\{10\bar{1}1\}$ [Yan 2011] ou par double maclage $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ [Couling 1959].

La recristallisation par mécanisme SBN a reçu une attention spéciale par les chercheurs qui ont travaillé sur les alliages Mg-TR du fait qu'elle provoque une microstructure hétérogène ainsi qu'une large orientation des grains recristallisés ce qui permet de produire une texture non basale [Basu 2013].

Basu *et al.* [Basu 2014] ont conclu, d'après la microstructure des deux alliages à base de Mg (Mg-Gd et Mg-Ce) laminés, que l'apparence du SBN peut être interprétée par :

- La trainée du soluté (Solute Drag),
- Les caractéristiques de la solution solide (Solid Solution Characteristics).

- Germination induite par maclage déformé (DTN)

Appelée aussi en anglais Twinning Induced Dynamic Recrystallisation (TDRX), plusieurs études ont décrit ce mécanisme de recristallisation qui peut avoir lieu dans la macle ou plusieurs macles déformées et aussi dans les intersections de macle-macle ou macle-grain [Martin 2011, Li 2009]. La recristallisation par ce mécanisme dépend fortement du type de maclage (tension ou compression) et de l'ordre de formation du maclage (premier ou secondaire) [Al-Samman 2008, Jage 2006].

Chapitre I.C: Evolution microstructurale et phénomène de recristallisation et de précipitation lors d'une déformation plastique

Xu *et al.* [Xu 2009] ont détecté ce mécanisme dans la microstructure de l'alliage AZ31 déformé par compression à la température de 300°C et avec $\varepsilon = 0.2$ et $V = 0.2 \text{ s}^{-1}$ (voir fig.I.C.6).

Cahn [Cahn 1956] a proposé une expression qui donne la fraction volumique X_R des grains recristallisés dynamiquement sur la base de la cinétique de germination au joint de grains, donnée par :

$$X_R = 1 - \exp\left[-k\left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_c}{\varepsilon_c}\right)^n\right] \quad (\text{I.C.12})$$

Où k et n sont des paramètres dépendants du matériau, ε la déformation plastique et ε_c la déformation critique.

De plus, Tan *et al.* [Tan 2003] ont utilisé une autre expression dans le but de déterminer la fraction volumique V_f des grains recristallisés dynamiquement durant des tests de tension de l'alliage AZ31 (avec la température et la vitesse prises respectivement entre 200 à 400°C et 10^{-4} s^{-1} à 10^{-2} s^{-1}), l'expression est comme suivant :

$$V_f = \frac{\sum A_f}{\sum A_i} \quad (\text{I.C.13})$$

où A_f est la surface totale des petits grains avec leurs tailles D ne dépassant pas $10 \mu\text{m}$ et A_i est la surface totale de l'échantillon.

Les mêmes auteurs ont trouvé d'un côté que la valeur la plus grande de la fraction volumique (92%) des petits grains recristallisés (grand affinement) au cours de la déformation quand la température atteint 250°C et la vitesse de déformation est de 10^{-4} s^{-1} . D'un autre côté, ils ont aussi constaté que l'affinement des grains par recristallisation dynamique devient moins effectif au-dessus de 400°C grâce à la croissance rapide des grains.

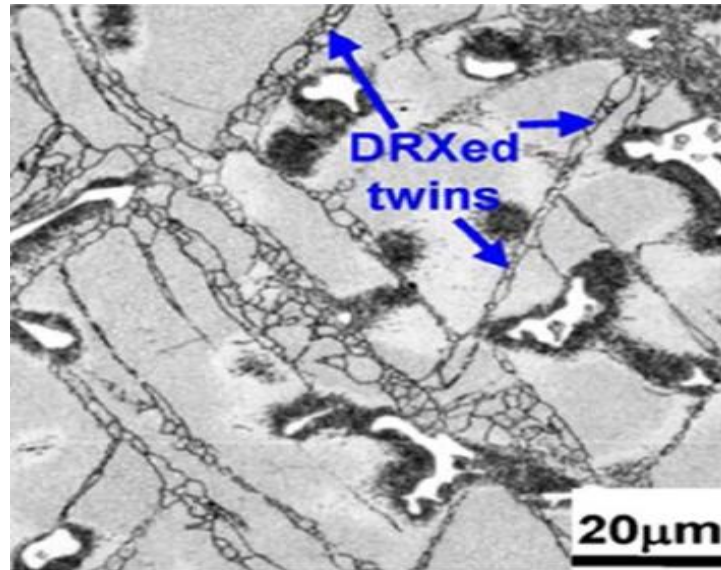


Figure I.C.6: Microstructure de l'alliage AZ31 compressé à $T=300^{\circ}\text{C}$ avec $\varepsilon=0.2$
[Xu 2009].

- **Germination par la migration des joints de sous grain (SBM)**

L'accumulation de sous grains et le mouvement de leurs joints dans les zones déformées conduisent à la formation de nouveaux germes pour la recristallisation et il permet aussi la création des joints à grand-angle de désorientation [Zhu 2005].

Quelques chercheurs [Setman 2008, Hazra 2009] ont mentionné que les agglomérats simple et/ou double de lacunes sont également parmi les sites favorables pour la recristallisation.

I.C.5 Phénomène de précipitation

Les éléments d'addition et le contrôle des transformations de phases, telle que la précipitation et la recristallisation jouent un rôle très important dans la nouvelle technologie de fabrication des alliages légers. Les traitements thermiques utilisés ont comme objectif d'améliorer les propriétés mécaniques, mais la relation entre les différentes transformations de phases (la précipitation à titre exemple) et les différentes propriétés est très loin d'être complètement comprise. Jusqu'à maintenant, les mécanismes de durcissement par précipitation dans les alliages de magnésium ne sont pas complètement compris et les détails sur la séquence de décomposition de précipitation pas encore évaluée [Antion 2003]. Ces corrélations exigent la bonne compréhension de la structure, la nature de la précipitation qu'elle soit stable ou métastable, les morphologies des précipités et les différents facteurs qui contrôlent la germination et la croissance de ces précipités [Nie

Chapitre I.C: Evolution microstructurale et phénomène de recristallisation et de précipitation lors d'une déformation plastique

2012]. De plus, l'effet des procédures de traitement thermomécaniques et le choix de la température de traitement thermique (ex. recuit) ont des effets inattendus sur la structure et les propriétés des alliages de magnésium.

I.C.6 Séquence de précipitation dans les systèmes binaires Mg-Nd et Mg-Ce

La première version du diagramme de phases indique que la phase intermétallique d'équilibre dans l'alliage Mg-Nd est $Mg_{12}Nd$, qui a une structure quadratique (groupe spatial, $I4/mmm$, $a = 1.031$ nm, $c = 0.593$ nm) [Nayeb-Hashemi 1988]. Cependant, des études récentes ont indiqué que la phase intermétallique d'équilibre est $Mg_{41}Nd_5$ (groupe spatial, $I4/mmm$, $a = 1.474$ nm, $c = 1.040$ nm) [Gorsse 2005, Okamoto 2007]. Cette controverse peut être reliée à la solubilité de Nd dans le Mg. La figure I.C.7 représente la solubilité de Nd dans le Mg en fonction de la température déduite, expérimentalement et par modélisation thermodynamique (FactSage) [Kang 2012], par résistivité électrique [Rokhlin 2003], par métallographie [Kang 2012], par la technique APT (Atom Probe Tomography) [Kopp 2010]. Il est clair que la solubilité de Nd augmente avec l'augmentation de la température. La solubilité maximale de Nd dans le Mg mentionnée dans la littérature, est 0.32 % (% en atome) (1.87 % en poids) à 520°C et le minimum de celle-ci est proche de la valeur zéro à 200°C [Kopp 2011].

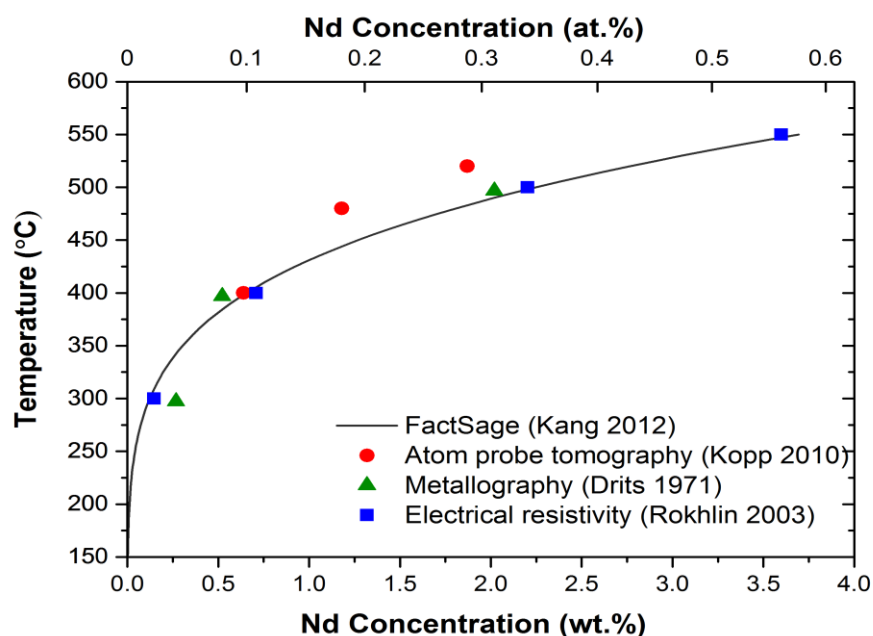


Figure I.C.7: Solubilité de Nd dans le Mg déterminée par modélisation thermodynamique (FactSage) [Kang 2012], résistivité électrique [Rokhlin 2003], métallographie [Kang 2012], Atom Probe Tomography [Kopp 2010]

Chapitre I.C: Evolution microstructurale et phénomène de recristallisation et de précipitation lors d'une déformation plastique

La décomposition de la solution solide supersaturée quand la température varie entre 60 à 350°C permet la formation de la séquence : zones GP (Guinier-Preston Zones), β'' -Mg₃Nd, β' -Mg₇Nd, β -Mg₁₂Nd [Karimzadeh 1985].

Les zones GP ont été décrites sous plusieurs formes. Pike et Noble [Pike 1973] ont rapporté que les zones GP prennent la forme d'aiguilles le long de $[0001]_\alpha$ dans l'alliage Mg-2.9Nd (% en poids) alors que celles-ci prennent la forme de plaquettes sur la direction $[10\bar{1}0]_\alpha$ dans l'alliage Mg-2.5Di-0.6Zr (% en poids) [Gradwell 1972]. Dans une étude effectuée par Saito et Hiraga [Saito 2011], où ils ont observé dans l'alliage Mg-0.5Nd (% en atome) vieilli à 170°C, un arrangement spécial (en forme de zig-zag) des atomes Nd sous forme N et V le long de la direction $[2\bar{1}\bar{1}0]_\alpha$ qui est regardé comme zones GP.

Parmi les précipités, β'' (Mg₃Nd) a une structure hcp (P63/mmc, DO₁₉, a=0.64 nm, c=0.52 nm). Le précipité β'' dans l'alliage Mg-Nd vieilli à basse température est plus stable que les zones GP. Ce précipité a été observé après traitements thermiques entre 150 à 260 °C [Pike 1973, Saito 2011]. Le précipité β'' prend parfois une forme de triade le long de direction de la matrice $[0001]$ et parfois sous forme de plaques minces qui sont entièrement cohérentes avec la matrice. Un exemple de microstructure contenant le précipité β'' est présenté dans la figure I.C.8.

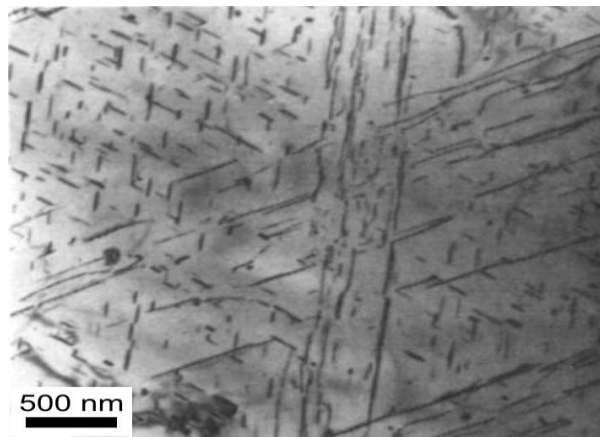


Figure I.C.8: Exemple de précipité β'' (plaquette mince) dans l'alliage Mg-2.9Nd (% en poids) vieilli à 240°C pendant 7 heures [Pike 1973].

Saito et Hiraga [Saito 2011] ont utilisé la technique HAADF-STEM (High Angle Annular Dark Field Scanning Transmission Electron Microscopy) et ils ont rapporté pour la première fois l'existence d'un précipité qui n'a jamais été rapporté dans les alliages Mg-Nd. Cette phase est β' -Mg₇Nd ayant une structure orthorhombique (a= 0.64 nm, b= 1.14 nm, c= 0.52 nm) sous forme lenticulaire. L'orientation de cette phase avec la matrice est comme suit : $(100)_{\beta'}/(1\bar{2}10)_\alpha$ et $[001]_{\beta'}/[0001]_\alpha$ [Saito 2011]. D'un autre côté, Pike et

Chapitre I.C: Evolution microstructurale et phénomène de recristallisation et de précipitation lors d'une déformation plastique

Noble [Pike 1973] ont suggéré que la phase β' a une structure hexagonale ($a=0.52$ nm, $c=1.3$ nm) sous forme de plaquettes qui prend l'orientation, $(1\bar{2}10)_{\beta'} // (10\bar{1}0)_{\alpha}$ et $(\bar{1}014)_{\beta'} // (0001)_{\alpha}$. En revanche, Karimzadeh [Karimzadeh 1985] et Gradwell [Gradwell 1972] ont mentionné que la phase β' a une structure cubique à face centrée ($a=0.735$ nm) avec $(\bar{1}12)_{\beta'} // (10\bar{1}0)_{\alpha}$ et $[110]_{\beta'} // [0001]_{\alpha}$. Natarajan *et al.* [Natarajan2016] ont mentionné la phase β''' (ou β_v) contenant les deux phases précédentes β'' et β' .

Une autre phase métastable β_1 -Mg₃Nd avec une structure cfc (groupe spatiale Fm $\bar{3}$ m, $a=0.74$ nm) a été mentionnée par Saito et Hiraga [Saito 2011]. Cette dernière est suivie par une autre phase métastable β -Mg₁₂Nd ayant structure quadratique (groupe spatiale I4/mmm, $a=1.03$ nm, $c=0.59$ nm) [Kopp 2010, Pike 1973]. Elle est formée comme une tige de façon que son axe long soit parallèle à $[0001]_{\alpha}$. L'orientation de cette phase avec la matrice est : $(002)_{\beta} // (10\bar{1}0)_{\alpha}$ et $[100]_{\beta} // [0001]_{\alpha}$ [Wu 2014]. Quelques travaux [Humphreys 1995, Read 1953, Haessner 1978] ont indiqué que la phase β_e -Mg₄₁Nd₅ (groupe spatial, I4/mmm, $a=1.474$ nm, $c=1.040$ nm) est une phase métastable alors que d'autres [Gorsse 2005, Okamoto 2007] ont mentionné qu'elle est stable. Cet écart peut être lié d'un côté à la température de traitement et d'un autre côté au pourcentage de l'élément de soluté Nd.

Concernant les phases stable et métastable dans les alliages binaires Mg-Ce, Saito et Kaneki [Saito 2013] ont rapporté dans leur travail, que la séquence de précipités dans l'alliage Mg-0.5Ce (% en atome) durant un traitement de vieillissement dont la température est comprise entre 180 à 250°C pourrait être présenté sous forme: SSS (Solution Solide Surstaurée), zones GP, β_1 (Mg₃Ce, type BiF₃, $a=0.742$ nm) et β (Mg₁₂Ce, type Mn₁₂Th, $a=1.033$ nm, $c=0.596$ nm). L'orientation des deux phases avec la matrice a été rapportée comme suit : $[001]_{\alpha} // [110]_{\beta_1} // [100]_{\beta}$ et $(110)_{\alpha} // (111)_{\beta_1} // (010)_{\beta}$. Les zones GP prennent une forme de chaîne en zigzag d'extension 20 nm, alors que les deux précipités prennent une forme de flèches [Saito 2013].

Evdokimenko et Kripyakevich [Evdokimenko 1963] ont mentionné deux phases dans le même alliage mais avec une autre structure de la phase β , Mg₁₇Ce₂ (type Th₂Ni₁₇, $a=1.035$ nm, $c=1.026$ nm). La séquence de précipitation dans l'alliage Mg-1.3%MM (% en poids) (MM : mischmetal riche en Ce et Nd) a été étudiée par Wei *et al.* [Wei 1996] et Hisa *et al.* [Hisa 2002]. Les auteurs ont rapporté que les précipités dans les alliages Mg-Ce et Mg-MM (MM : mischmetal riche en Ce et Nd) devraient être les mêmes que celles de

Chapitre I.C: Evolution microstructurale et phénomène de recristallisation et de précipitation lors d'une déformation plastique

Mg-Nd. En conséquence, la structure cristalline de la phase β et la séquence de précipitation dans l'alliage Mg-Ce n'est pas encore claire.

La cinétique de transformation de la précipitation et sa croissance lors du traitement isotherme est décrite par l'équation de Johnson-Mehl-Avrami, JMA [**Avrami 1941**]:

$$X = 1 - \exp(-kt^n) \quad (\text{I.C.14})$$

où X est la fraction transformée, t est le temps de recuit, k est une constante du temps et n est le coefficient d'Avrami qui caractérise la procédure de transformation.

La fraction transformée, X pourrait être définie lors d'un traitement isotherme par la relation suivante [**Avrami 1941, Azzeddine 2014**]:

$$X = \frac{I(t)}{I_f} \quad (\text{I.C.15})$$

où I(t) est l'intensité du pic l'instant t et I_f est l'intensité du pic quand la phase est totalement transformée.

PARTIE D:

Considérations théoriques sur la spectroscopie d'absorption (XAS, EXAFS)

Chapitre I.D: Considérations théoriques sur la spectroscopie d'absorption (XAS, EXAFS)

Introduction

La spectroscopie d'absorption des rayons X étendue de la structure fine (EXAFS pour Extended X-ray Absorption Fine Structure) permet d'extraire des informations structurales d'un matériau par l'analyse de son spectre d'absorption. Elle rend possible la détermination de l'entourage chimique d'un élément en termes de : type et de nombre de leurs voisins (neighbors), distance interatomique et le désordre structural. D'après quelques travaux [Teo 1986, Koningsberger 1988, Fornasini 2003], cette détermination est limitée jusqu'à 10 Å de rayon dès l'élément absorbant. Ce qui fait de l'EXAFS une technique puissante pour la caractérisation locale de la structure autour de quelques atomes (structure fine).

Puisque l'EXAFS est une technique sélective d'un élément particulier et sensible à faible distance de l'ordre d'Angstrom, elle est parmi les techniques les plus appropriées pour la caractérisation des cas suivantes : solides amorphes, liquides comme les solutions ioniques et biomolécules. Ainsi, dans les paragraphes qui suivent, nous donnons un bref aperçu sur le principe de la spectroscopie d'EXAFS et des procédures d'analyse des données.

I.D.1 Physique de la spectroscopie d'absorption des rayons X (XAS)

Quand un photon incident d'énergie E_x percute un électron relié à un atome par une énergie de liaison, E_0 , il y a une probabilité d'absorption de ce photon dans une couche (si $E_x \geq E_0$) bien déterminée (K, L, M, ...) donnant un photoélectron qui produit un pic d'absorption appelé énergie de bord (Edge energy).

La figure I.D.1 présente un spectre d'absorption du plomb, Pb [Stern 1974]. Il est évident que quand l'énergie de rayon X est balayée autour de l'énergie de liaison d'un niveau, il y a une augmentation abrupte de l'absorption. Ceci nous donne un bord d'absorption suivant le niveau d'énergie de l'électron absorbant (couche et sous couche L1, L2, L3, comme le montre en exemple l'insert de la figure I.D.1).

Si un atome absorbant est isolé dans l'espace, le photoélectron propage comme une onde non perturbée, mais dans la plupart des cas il y a plusieurs autres atomes autour de l'atome absorbant ce qui fabrique une diffusion (dispersion) du photoélectron donnant un signal spécial appelé signal de l'EXAFS. Ceci physiquement est la somme des ondes originales et diffusées. Les interférences constructives et destructives augmentent et diminuent respectivement avec le coefficient d'absorption. Le phénomène d'interférences est aussi dépendant de la distance entre l'atome émis et absorbé et leurs nombres

Chapitre I.D: Considérations théoriques sur la spectroscopie d'absorption (XAS, EXAFS)

atomiques. La figure I.D.2 montre un exemple sur l'évolution du signal de l'EXAFS du Rh au seuil K [Vlaic 2004].

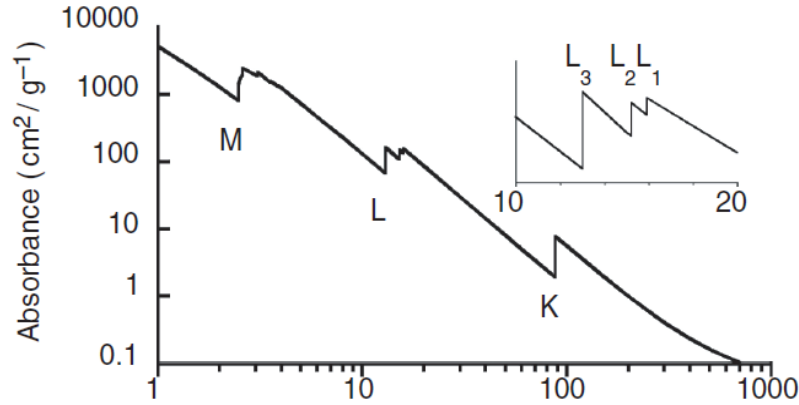


Figure I.D.1: Spectre d'absorption du plomb, Pb [Stern 1974].

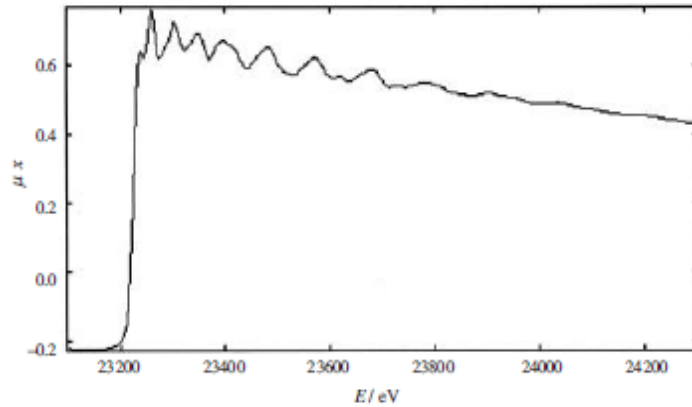


Figure I.D.2: Signal de l'EXAFS du Rh au seuil K [Vlaic 2004].

I.D.2 Description théorique de l'EXAFS

Généralement, le signal d'EXAFS commence à 30 eV au-dessus du pic de bord jusqu'à 1000 eV [Vlaic 2004]. A cet intervalle-là, le photoélectron excité a une longueur d'onde de Broglie qui est pratiquement comparable aux distances interatomiques.

Le signal EXAFS est modulé sur la base de l'interférence entre les ondes sortantes et rétrodiffusées du photoélectron. L'énergie cinétique de celui-ci est donnée par :

$$E = E_x - E_0 \quad (\text{I.D.1})$$

où E_x est l'énergie de la photo incident et E_0 est l'énergie de liaison de l'électron excité.

Son vecteur d'onde est donné par [Vlaic 2004]:

Chapitre I.D: Considérations théoriques sur la spectroscopie d'absorption (XAS, EXAFS)

$$k = \frac{2\pi}{\lambda} = \sqrt{\frac{8\pi^2 m}{h^2} (E_x - E_0)} = \sqrt{0.2624 \cdot E} \quad (\text{I.D.2})$$

L'oscillation EXAFS en fonction du vecteur d'onde est donnée comme suit [Vlaic 2004] :

$$\chi(k) = \frac{\mu(k) - \mu_0(k)}{\mu_0(k)} \quad (\text{I.D.3})$$

Où $\mu(k)$ est le coefficient d'absorption expérimental et $\mu_0(k)$ est celui sans atomes voisins.

Selon, Stern [Stern 1974], l'expression analytique de l'EXAFS est donnée comme suivant :

$$\chi(k) = \frac{1}{k} S_0^2 \sum_{R_i} \frac{N_i}{R_i^2} \cdot (-2\sigma^2 k^2) \cdot \exp\left(\frac{-2R_i}{\lambda(k)}\right) \cdot |f_i(k)| \cdot \sin[2kR + \phi_i(k)] \quad (\text{I.D.4})$$

où N_i est le nombre d'atomes à une distance i de l'atome absorbant, σ est le facteur de Debye-Waller qui représente la racine moyenne carrée de la distance absorbeur- diffuseur, S_0^2 est l'amplitude moyenne du facteur de réduction et prend usuellement une valeur de 0.8-0.9, $\phi_i(k)$ représente le déphasage du photoélectron dû à son passage à travers un champ d'atomes, absorbants et diffusants, $f_i(k)$ est la fonction de l'amplitude de diffusion et R_i est la distance interatomique entre l'absorbeur-diffuseur dans l'espace réel.

I.D.3 Analyse des résultats expérimentaux

Le but de l'EXAFS est toujours de déterminer les paramètres locaux d'une structure. Expérimentalement, la loi de Beer-Lambert permet de relier les intensités incidente I_0 et sortante I , d'un rayonnement avec le coefficient d'absorption μ par la relation suivante :

$$\ln(I_0/I) = \mu x \quad (\text{I.D.5})$$

où x représente la largeur de la cuve portant l'échantillon.

Après l'obtention du signal, il est nécessaire de faire les étapes suivantes :

- Convertir les intensités mesurées en $\mu(E)$.
- Soustraire le background.
- Déterminer le coefficient d'absorption μ_0 sans atomes voisins.
- Normaliser le signal de 0 à 1.
- Déterminer le seuil d'énergie E_0 et la convertir en l'espace k .

Chapitre I.D: Considérations théoriques sur la spectroscopie d'absorption (XAS, EXAFS)

- Multiplier le signal $\chi(k)$ par k^2 ou k^3 afin d'éviter son détérioration.
- Faire la transformation de Fourier pour passer de l'espace k à l'espace R en utilisant la formule suivante :

$$\chi(R) = \text{FT} [\chi(k)] = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{+\infty} dk e^{i2kr} k^w \chi(k) \Omega(k) \quad (\text{I.D.6})$$

où $\Omega(k)$ s'appelle la fonction fenêtre (window) et w est le facteur de multiplication qui prend souvent les valeurs 2 ou 3.

La figure I.D.3 présente un exemple du signal d'EXAFS expérimental et calculé au bord-k de Ni d'un alliage Cu-2.5Ni-0.6Si (% en poids) hyper déformé par la technique ECAP jusqu'à 8 passes et revenu à 700 °C [Azzeddine 2015]. La figure I.D.3.a représente un exemple sur l'évolution de $k^3\chi(k)$ en fonction du vecteur d'onde, k pour l'alliage Cu-2.5Ni-0.6Si hyper déformé et revenu, alors que la figure I.D.3.b représente le signal d'EXAFS après la transformation de Fourier (Magnitude). Le grand pic correspond au premier voisin, le deuxième autour de 3.5 Å représente le deuxième voisin et ainsi de suite.

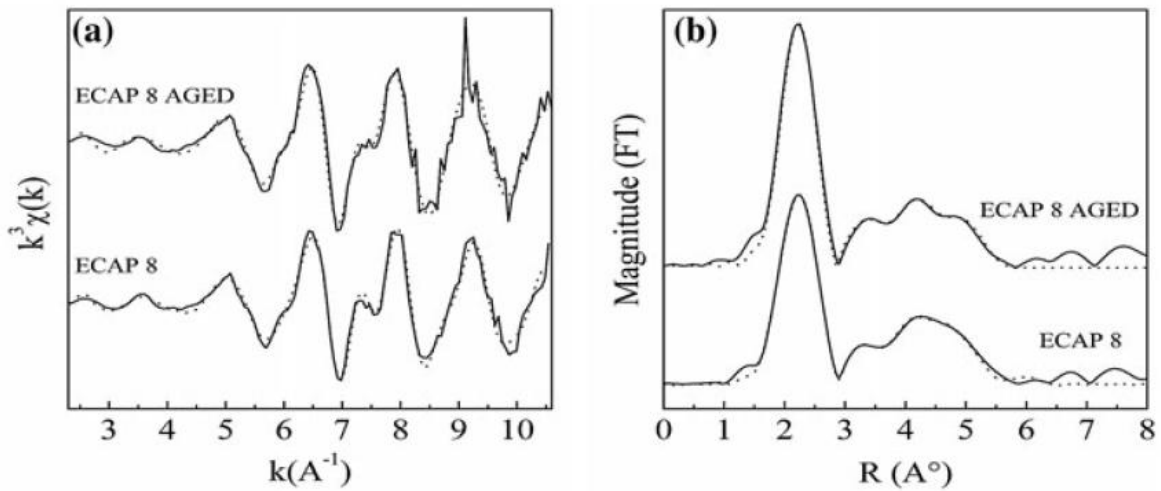


Figure I.D.3 : Evolution de : a) $k^3\chi(k)$ en fonction du vecteur d'onde, b) Magnitude en fonction de la distance interatomique; au seuil k de l'atome Ni de l'alliage Cu-2.5Ni-0.6Si (% en poids) après 8 passes d'ECAP et revenu [Azzeddine 2015].

PARTIE E:

**Caractéristiques du magnésium en
général et ses alliages de Terres
rares (RE) en particulier**

Introduction

Durant la dernière décennie, le magnésium et ses alliages ont reçu une attention remarquable pour leurs potentielles utilisations dans l'industrie automobile, électronique et même dans l'industrie aérospatiale [Schumann 2003].

I.E.1 Caractéristiques du magnésium

Le magnésium cristallise dans le système hexagonal compact (Hexagonal close-packed hcp), il est connu comme un matériau léger avec une faible densité 1.74g/cm^3 . La figure I.E.1 représente les deux structures hexagonale compacte hcp et cubique à face centrée cfc. Dans la première structure, on peut ranger 7 sphères de type A sur le premier plan et puis au-dessus de celui, on peut disposer au maximum 3 sphères de type B (deuxième plan) et après ça, un arrangement de 7 sphères de type A dans le troisième plan (séquence d'empilage ABAB...), ce qui nous donnera une structure hexagonale hcp. Dans la deuxième structure (cfc) un arrangement de 7 sphères de type C dans le troisième plan (d'empilage séquence ABCABC...), celles-ci permettent de nous donner une structure cubique à face centrée cfc.

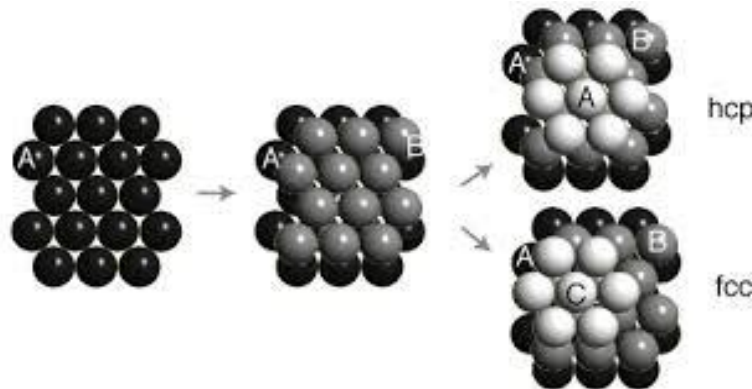


Figure I.E.1: Représentation de deux structures hexagonale compacte (hcp) et cubique à faces centrées (cfc).

Les paramètres cristalline du Mg pur à 25°C sont $a = 0.32\text{nm}$ et $c = 0.52\text{nm}$ avec $\alpha = \beta = 90^\circ$ et $\gamma = 120^\circ$. Si les sphères touchent l'une de l'autre dans le plan basal et les autres plans, le rapport $c/a = \sqrt{8/3} = 1.633$.

I.E.2 Les éléments d'addition au magnésium

Le magnésium pur montre une faible ductilité à température ambiante et aussi une faible résistance à la corrosion, à pour cela l'addition de d'autres éléments au Mg peut

Chapitre I.E: Caractéristiques du magnésium en général et ses alliages de Terres Rares (RE) en particulier

améliorer leurs propriétés telles que les propriétés mécaniques après les opérations de mise en forme et/ou de traitements thermiques.

Le tableau I.E.1 [Kainer 2003] représente les codes des éléments d'additions (Alloying Elements) dans le magnésium développés par la société américaine pour les tests des matériaux, ASTM (American Society for Testing Materials) qui a proposé un système des lettres et des chiffres pour la dénomination des alliages. A titre d'exemples, l'alliage AZ31 contient 3% d'Aluminium (A), 1% de Zinc (Z) et le reste (96%) Mg. L'alliage AZ91 contient 9 % d'Aluminium (A), 1% de Zinc (Z) et le reste Mg. Le problème de ce système c'est qu'il ne nous donne pas aucune information concernant les autres éléments (au-dessus de 2 lettres et 2 chiffres) par ce qu'il nous donne seulement deux éléments avec leurs concentrations.

Tableau I.E.1:Codes ASTM des éléments d'additions dans le Mg [Kainer 2003].

Code	Élément	Code	Élément
A	Aluminium	N	Nikel
B	Bismuth	P	Plomb
C	Cuivre	Q	Argent
D	Cadmium	R	Chrome
RE	Terres rares	S	Silicium
F	Fer	T	Titane
H	Thorium	W	Yttrium
K	Zirconium	Y	Antimoine
L	Lithium	Z	Zinc
M	Manganèse		

Le tableau I.E.2 représente le code et la nomination scientifique des éléments terres rares qui ont été décrits par ASTM.

Chapitre I.E: Caractéristiques du magnésium en général et ses alliages de Terres Rares (RE) en particulier

Tableau I.E.2: Les éléments terres rares.

Code	Elément	Code	Elément
Sc	Scandium	Sm	Samarium
Y	Yttrium	Eu	Europium
La	Lanthane	Gd	Gadolinium
Ce	Cérium	Tb	Terbium
Pr	Praséodyme	Dy	Dysprosium
Nd	Néodyme	Ho	Holmium
Pm	Prométhium	Er	Erbium
Tm	Thulium	Yb	Ytterbium
Lu	Lutécium		

I.E.3 L'influence des éléments terres rares sur le magnésium et ses alliages

Avant 1980, les chercheurs russes étaient les premiers à travailler sur les alliages de magnésium avec les éléments d'additions terres rares. Toutes leurs investigations ont concrétisé sur l'influence des éléments RE sur les évolutions des propriétés de magnésium, diagrammes de phases, décomposition de solution solide et autres caractéristiques des alliages [Rokhlin 2003]. Dans le même temps plusieurs suggestions ont été obtenues pour améliorer les propriétés des alliages Mg-TR, Drits *et al.* [Drits 1972, Drits 1976] ont rapporté une augmentation de la plasticité dans les alliages binaires Mg-Y et Mg-Sc extrudé à chaud. Sviderskaya *et al.* [Sviderskaya 1965] ont fait un rapport sur les alliages Mg-Nd binaire extrudé et recuit en fonction de l'augmentation du contenu Nd. Ils ont atteint une ductilité remarquable à petite valeur de Nd (0.16 % en poids).

Dans les dernières décennies, les alliages Mg-TR ont beaucoup attiré l'attention des chercheurs, dans l'objectif de comprendre le développement de texture et de microstructure de déformation et de recristallisation avant et/ou après la déformation plastique.

Ball et Prangnell [Ball 1994] sont probablement les premiers chercheurs qui ont rapporté que la texture aléatoire trouvée dans les alliages Mg-TR extrudé peut être attribuée à l'existence des éléments terres rares tel que le Néodyme.

Lorimer *et al.* [Lorimer 2005] et Mackenzie *et al.* [Mackenzie 2007] ont trouvé que la texture aléatoire dans la série WE (à forte concentration d'Yttrium et autres éléments RE) est attribuée à la recristallisation par mécanisme PSN (Particle Stimulated Nucleation).

Chapitre I.E: Caractéristiques du magnésium en général et ses alliages de Terres Rares (RE) en particulier

Dans une autre étude, Laser *et al.* [Laser 2008] ont montré que la modification de texture est possible dans l'alliage conventionnel AZ31 qui contient des micro éléments de cérium et calcium. Bien précisément, ils ont trouvé que l'ajout de micro éléments de Ce et Ca (avec un pourcentage inférieur à 1% (% en poids)) à l'alliage AZ31 laminé peut affaiblir l'intensité du pic basal jusqu'au 3 mrd au lieu de 9 mrd au AZ31 sans les éléments Ce et Ca.

Dans un autre travail effectué par Hantzsche *et al.* [Hantzsche2010] ont attribué l'affaiblissement de la texture dans le magnésium durant recuit à l'accroissement du contenu des éléments Ce, Nd et Y qui provoquent l'apparition de bandes de cisaillements.

L'effet le plus important dans les alliages à base de Mg-TR est associé à la présence des autres phases qui sont beaucoup plus dures que la matrice Mg. Parmi celles-ci les plus connues: $Mg_{12}\text{-RE}$, $Mg_{17}\text{-RE}_2$, $Mg_3\text{-RE}$ et $Mg_2\text{-RE}$ [Rokhlin 2003]. Tous ces précipités peuvent engendrer des effets considérables sur le comportement mécanique ainsi que sur les évolutions de la texture de déformation et de la recristallisation du matériau.

L'influence de la morphologie de ces précipités sur les propriétés mécaniques du matériau reste insuffisamment claire à cause de manque de clarifications et données sur les interactions entre les précipités et les dislocations.

I.E.4 L'influence des éléments non terres rares sur le magnésium et ses alliages

Plusieurs chercheurs [Hirsch 2013, Basu 2014] ont effectivement dirigé leurs recherches sur le rôle des éléments non terre rares sur la modification de la texture et de microstructure des alliages à base de Mg. Des résultats préalables sur les alliages Mg-TR indiquent que l'addition des éléments non terres rares, tels que Zirconium et Zinc qui peuvent affecter considérablement sur la texture de déformation et de recristallisation, de telle façon que l'affaiblissement de l'intensité du pôle basal peut atteindre la moitié de l'intensité en comparant avec les autres alliages avant l'ajout des éléments non RE. En plus, [Hirsch 2013, Basu 2014] ont constaté que la modification de la texture durant le phénomène de recristallisation dépend fortement de la nature des particules de deuxième phase, de leurs compositions et leurs tailles.

CHAPITRE II:

Techniques expérimentales

II.1 Présentation des alliages étudiés

Durant ce travail, deux alliages binaires à base de magnésium-terre rares ont été étudiés, Mg-1.44Ce et Mg-1.43Nd (% en poids). Ceux-ci nous ont été élaborés et fournis par des collaborateurs Allemands (Université d'Aachen) sous forme de blocs de dimensions $47 \times 47 \times 30 \text{ mm}^3$. Afin d'homogénéiser la microstructure, les deux alliages ont été mis en solution solide à 535°C pendant 6 heures suivie d'une trempe dans un bain d'eau. La figure II.1 est une photographie des alliages étudiés



Figure II.1: Photographie représentant les blocs des échantillons utilisés dans ce travail

II.2 Déformation plastique sévère par HPT

Des cylindres de diamètre 9.7 mm et de longueur 42 mm ont été découpés des blocs d'alliages par usinage chez le tourneur. Les échantillons destinés à l'hyper déformation par HPT sont des disques de dimensions 9.7 mm de diamètre et 1.2 mm d'épaisseur ont été découpés des cylindres. Le découpage des échantillons a été effectué par électroérosion (Spark Erosion). Après l'opération de découpage, les échantillons ont été polis à l'aide de papiers abrasifs et de feutres jusqu'à une épaisseur finale égale 0.85 mm au sein du Laboratoire de Physico-Chimie de l'Etat Solide – Université de Paris de sud-France. Les échantillons sous forme de disques ont été hyper déformés au sein de la Faculté d'Ingénieur et de l'Environnement, Université de Southampton, Angleterre.

Les hyper déformations HPT ont été effectuées à température ambiante. Les conditions de l'hyper déformation étaient : nombre de tours, $n = 1/2, 1, 5$ et 10 tours, Pression imposée égale à 6 GPa et sous une vitesse de rotation de l'enclume inférieur qui égale une rotation par minute (1rpm).

La figure II.2 présente le dispositif de HPT utilisé dans le présent travail.



Figure II.2 : Photographie de la machine HPT utilisée dans la présente investigation (Faculté d'Ingénieur et de l'Environnement, Université de Southampton, Angleterre).

Nous montrons dans la figure II.3, les photos prises des disques après la déformation. Après tous les essais de déformation par HPT, aucune fissuration ou endommagement du matériau n'étaient observées après toutes les rotations.

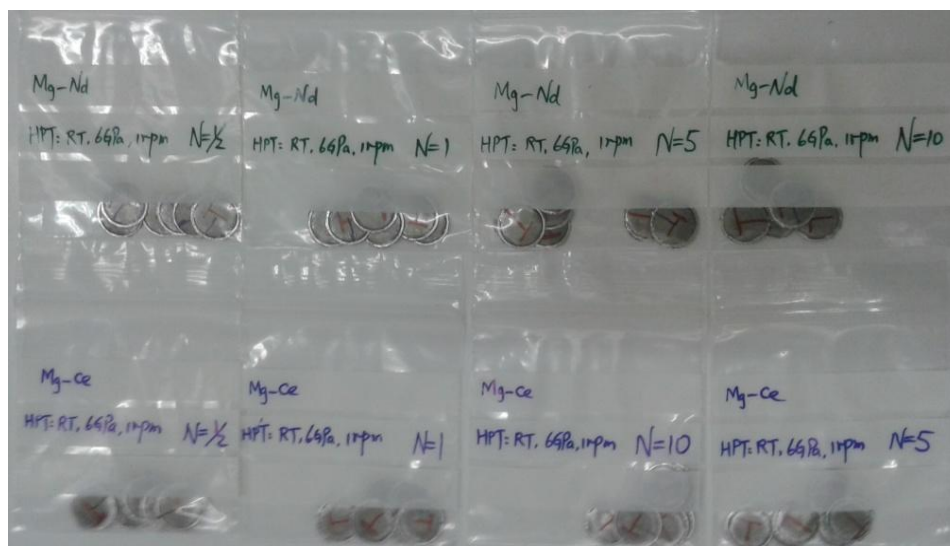


Figure II.3: Photographies de tous les disques des alliages Mg-1.44Ce et Mg-1.43Nd (% en poids) hyper déformés par HPT.

II.3 Préparation des échantillons pour caractériser la microstructure et la macrotexture

Les échantillons destinés à l'analyse par la micrographie optique et macrotexture ont été polis mécaniquement en utilisant des papiers abrasifs à base de SiC (jusqu'à N°4000), puis un polissage par la pâte diamantée avec un lubrifiant (ethanol) avec une taille décroissantes de 3 à 1 μm . Les échantillons ont été nettoyés par l'éthanol en utilisant un bain ultrasonique et séché à air froid compressé à l'aide d'un séchoir. Cette opération est répétée après chaque étape de polissage, mécanique ou diamanté afin d'enlever les débris du polissage et préparer l'échantillon à l'étape suivante.

Le polissage par la pâte diamantée est suivi d'un polissage électrolytique à température ambiante dans les conditions, 2 V pendant 30 min dans l'objectif d'enlever la couche de déformation causée par le polissage et améliorer la qualité de surface de l'échantillon. Celui-ci est relié avec l'anode et placé, dans une cellule électrolytique où une plaque inoxydable est utilisée comme cathode. Le réactif électrolytique est composé de :

- 75 ml H_3PO_4
- 125 ml éthanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$).

Afin de visualiser les grains et leurs joints, l'échantillon est immergé jusqu'à 8 seconde dans une solution chimique contenant :

- 10 ml H_2O
- 10 ml acide acétique (CH_3COOH)
- 70 ml de Picral.

II.4 Techniques de caractérisation

II.4.1 Analyse de la microstructure

Les micrographies optiques de la microstructure ont été prises au sein de l'Institut IMM (Aachen-Allemagne) à l'aide d'un microscope optique de type Carl Zeiss équipé d'une caméra Nikon DMX1200 et un logiciel d'analyse d'image a4i.

II.4.2 Mesure de la macrotexture par diffraction des rayons X

Afin d'évaluer la texture cristallographique, une série de figures de pôles incomplètes $\{(10\bar{1}0), (0002), (10\bar{1}1), (10\bar{1}2) \text{ et } (10\bar{1}3)\}$ ont été mesurées (où $5^\circ \leq \alpha \leq 75^\circ$) au sein du SP2M, ICMO, Université Paris-Saclay, à l'aide d'un goniomètre Bruker et d'une source de rayonnement Cu- K_α fonctionnant à 30 kV et 25 mA. Toutes les mesures de texture ont été réalisées près du centre des disques hyper déformés. Les figures de pôles

directes et indirectes ainsi que les ODF_s ont été corrigées et recalculées à l'aide du code MTEX 3.3.2.

Le figure II.4 représente le principe de mesure de la macrotecture qui se base sur la loi de Bragg dont :

$$2d_{\text{hkl}} \sin \theta = n\lambda \quad (\text{II.1})$$

Où : d est la distance inter-réticulaire, θ est l'angle de diffraction, n est l'ordre de diffraction et λ est la longueur d'onde des rayons x.

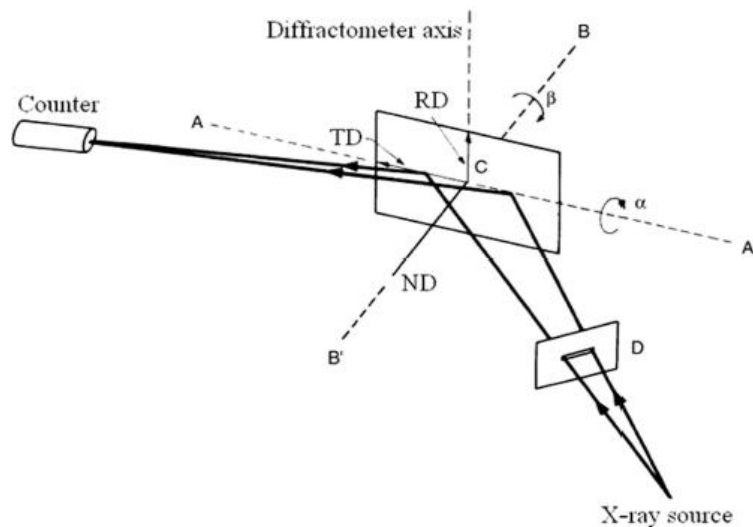


Figure II.4: Représentation schématique du principe de mesure de la macrotexture

II.4.3 Diffraction des rayons X à haute énergie *in situ* (Synchrotron)

Après l'hyper-déformation par HPT, les disques ont été traités isothermiquement à 250 °C pendant 6 h (à l'aide d'un four Anton-Paar sans gaz neutre) afin de clarifier la séquence de précipitation en utilisant un dispositif in-situ de diffraction des rayons X à haute énergie (dans la ligne DIFFABS, Proposal 20150973) au sein du synchrotron SOLEIL (L'Orme des Merisiers, Saint-Aubin, 91192 Gif-sur-Yvette, France). Le faisceau des rayons X utilisé a une énergie de 9 keV et une longueur d'onde égale à 0.1377 nm. Un détecteur 2D (XPAD-S140) a été utilisé afin d'enregistrer le signal chaque 0.025 s. Les enregistrements 2D ont été intégrés en diffractogramme 1D en utilisant un software fait maison.

II.4.4 Analyse Enthalpique Différentielle (DSC)

II.4.4.1 Principe de mesure

Le principe de cette technique est de mesurer l'énergie libérée ou absorbée par un échantillon en fonction du temps ou de la température durant un cycle thermique à vitesse de chauffage constante et sous atmosphère bien contrôlée [Gao 2009]. Deux thermocouples sont utilisés pour contrôler le flux de la chaleur, l'un situé au-dessous de l'échantillon et l'autre utilisé comme une référence. La DSC enregistre un pic au-dessus de la ligne de base (pic exothermique) dans le cas de formation d'une phase, comme la restauration et la recristallisation. Pour la dissolution d'une phase, elle enregistre un pic au-dessous de la ligne de base (pic exothermique), indicateur de la dissolution d'une phase.

L'avantage de cette méthode est d'assurer une analyse quantitative (fraction de recristallisation, début, fin et température de pic d'une transformation). De plus, l'énergie d'activation d'une transformation pourrait être calculée à partir de décalage des pics associés à toute transformation de phases durant différentes vitesses de chauffages.

Dans ce travail, nous avons utilisé un calorimètre à balayage différentiel 2920 MDSC (fig.II.5) au sein de l'Université polytechnique, UPC, Barcelone-Espagne. Les tests ont été effectués sous atmosphère d'azote à une pression de 1 Bar. Les échantillons de 18-20 mg ont été découpés près de centre des disques et chaque échantillon a été placé dans une capsule d'aluminium de 6.5 mm de diamètre et 1 mm d'hauteur. Une capsule d'aluminium vide est utilisée comme référence. Quatre vitesses de chauffage ont été appliquées (5, 10, 20 et 30°C/min) dans les tests de DSC à une température variant entre 80 à 500°C. Les informations obtenues ont été traitées à l'aide d'un logiciel approprié.

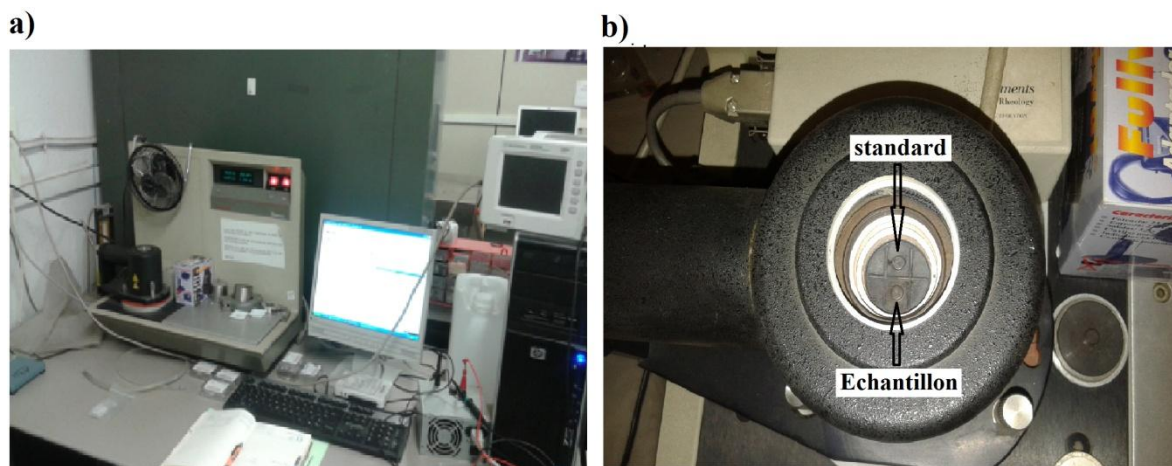


Figure II.5 :Photo de, a) L'appareil de DSC utilisée dans notre étude, b) Cellule de DSC.

II.4.5 Spectroscopie d'absorption EXAFS

Les spectres EXAFS au Bord-L3 du Néodyme (6208 eV) ont été collectés au sein de la ligne DIFFABS du Synchrotron Soleil, France. Toutes les mesures l'EXAFS ont été

effectuées à température ambiante. Les mesures EXAFS des échantillons revenus ont été effectuées après que ceux-ci aient été refroidis.

Le traitement des résultats d'EXAFS est effectué à l'aide des logiciels, Athena et Artemis qui sont disponibles dans le web. Le premier logiciel est utilisé pour la soustraction du bruit de fond (background) et la normalisation du signal tandis qu'Artemis est utilisé pour faire la transformation de Fourier du signal $k^3\chi(k)$. Les chemins de diffusion théorique (Scattering Paths) y compris la diffusion simple et multiple utilisés dans le calcul (fitting) ont été déterminés en utilisant le programme FEFF6 [Rehr 2000].

II.4.6 Mesure de la microdureté Vickers

Le principe de cette mesure est d'appliquer sur l'échantillon un pénétrateur de forme pyramidale avec une charge bien déterminée. Le calcul de la microdureté se fait par la mesure de l'empreinte laissée par les deux diagonaux et l'utilisation de la relation suivante :

$$H_v = 0.189 \frac{F}{d^2} \quad (\text{II.2})$$

où F est la charge d'application en N et d est la diagonale de l'empreinte.

Les tests de microdureté ont été effectués au sein du Département de Physique à l'Université de M'sila à l'aide d'un microduromètre de type Zwick 3210. Les mesures ont été effectuées au centre de disque en utilisant une charge de 100 g pendant 15 s.

CHAPITRE III :

Résultats et discussions

PARTIE A :

**Caractérisation de la microstructure
et texture des alliages Mg-TR (TR=
Nd et Ce) à l'état initial et hyper
déformé**

Chapitre III.A: Caractérisation de la microstructure et texture des alliages Mg-TR (TR= Nd et Ce) à l'état initial et hyper déformé

Introduction

Il est clair que les propriétés mécaniques et physiques du magnésium ne sont pas remarquables, pour cela l'addition de certains éléments de terres rares tels que Gd, Y et La peuvent affecter positivement ses propriétés après une déformation plastique ou même après un traitement thermique (recuit) [Lie 2011, Zang 2010]. Aujourd'hui, les alliages Mg-TR suscitent un engouement certain par la communauté scientifique et industrielle par les enjeux de gain de poids et de facilité d'élaboration et de mise en forme par rapport aux alliages conventionnels [Wang 2013, Huang 2012].

Le travail réalisé a pour but de comprendre l'évolution microstructurale, la texture et les propriétés mécaniques de deux alliages à base de magnésium après déformation sévère par la technique HPT. Une analyse préalable de l'état initial a été réalisée.

III.A.1 Microstructure et texture cristallographique de l'alliage Mg-TR (TR= Nd et Ce) à l'état initial

Les figures III.A.1 et III.A.2 présentent respectivement les microstructures des alliages Mg-1.43Nd et Mg-1.44Ce (% en poids) à l'état brut de coulée (a) et mise en solution solide à 535 °C pendant 6h (b). Les micrographies de deux alliages Mg-1.43Nd et Mg-1.44Ce (% en poids) à l'état reçu montrent une microstructure granulaire allongée avec un zigzag évident au niveau du joint de grain qui pourrait être lié à l'inhibition de leur mouvement lors du refroidissement rapide (trempe). En outre, les figures III.A.1.a et III.A.2.a montrent l'existence des points noirs presque de façon quasi-homogène sur la surface des grains qui sont respectivement reliés à la deuxième phase précipité $Mg_{12}Nd$ et $Mg_{12}Ce$. On note aussi la présence d'une quantité importante de macles (fig.III.A.2.a) qui sont les macles d'extension car ce sont les plus observées dans le magnésium et ses alliages à basse température. D'après la figure III.A.1.b la microstructure ne montre aucune trace de la deuxième phase ce qui signifie qu'elle est totalement homogénéisée par une dissolution complète du précipité $Mg_{12}Nd$ dans les joints de grains et dans les grains. Tandis que la figure III.A.2.b montre une microstructure biphasée de telle sorte que le précipité se distribue sur les grains de la matrice Mg ainsi que aux joints de grains.

Les figures III.A.3.a et III.A.3.b présentent respectivement les microstructures obtenues par EBSD des alliages Mg-1.43Nd et Mg-1.44Ce (% en poids) après traitement de mise en solution solide. Les cartographies OIM des deux alliages montrent une microstructure granulaire allongée. La taille moyenne des grains à l'état initial est approximativement 400 μm pour les deux alliages. Il n'a pas été jugé opportun de

Chapitre III.A: Caractérisation de la microstructure et texture des alliages Mg-TR (TR= Nd et Ce) à l'état initial et hyper déformé

caractériser la texture initiale car il y avait un faible nombre de grains (22 grains pour l'alliage Mg-1.43Nd et ~ 13 grains pour l'alliage Mg-1.44Ce (wt. %)). Il est évident que le traitement de mise en solution solide des deux alliages a favorisé une texture aléatoire avec l'absence des textures les plus connues dans le magnésium et ses alliages telles que la texture basale. Kocich *et al.* [Kocich 2016] ont rapporté une texture aléatoire de l'alliage Mg-Dy-Al-Zn-Zr mis en solution solide à 520 °C pendant 8h, et ils ont mentionné que les traitements thermiques, tel que le traitement de mise en solution solide, ne changent pas la texture initiale. La même observation a été rapportée dans le cas de l'alliage Mg-Gd-Y-Nd-Zr [Xia 2013] et celui conventionnel AZ31 [Xin 2011]. Néanmoins, les traitements thermiques peuvent influencer l'homogénéisation de la structure et la taille des grains.

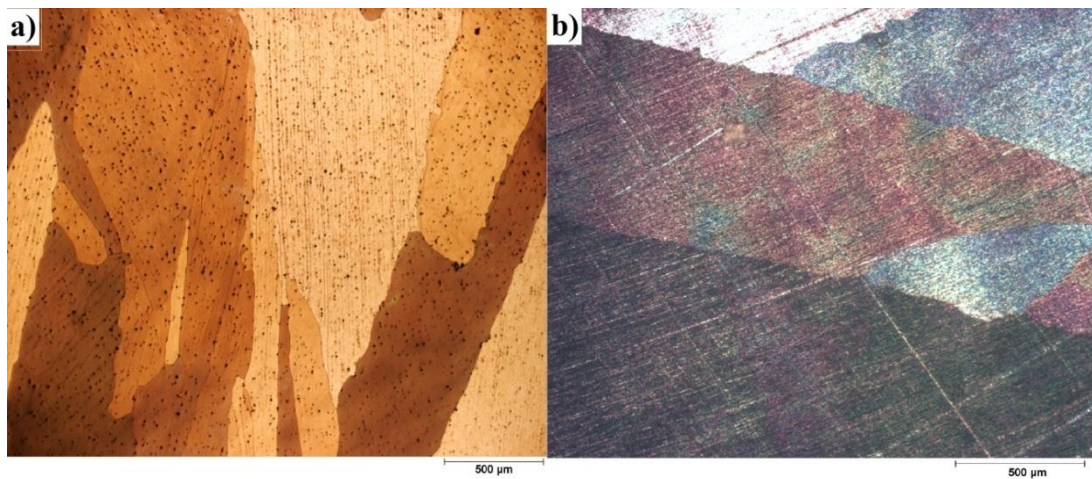


Figure III.A.1: Microstructure de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) à l'état : a) brut de coulée et b) mise en solution solide à 535 °C pendant 6h.

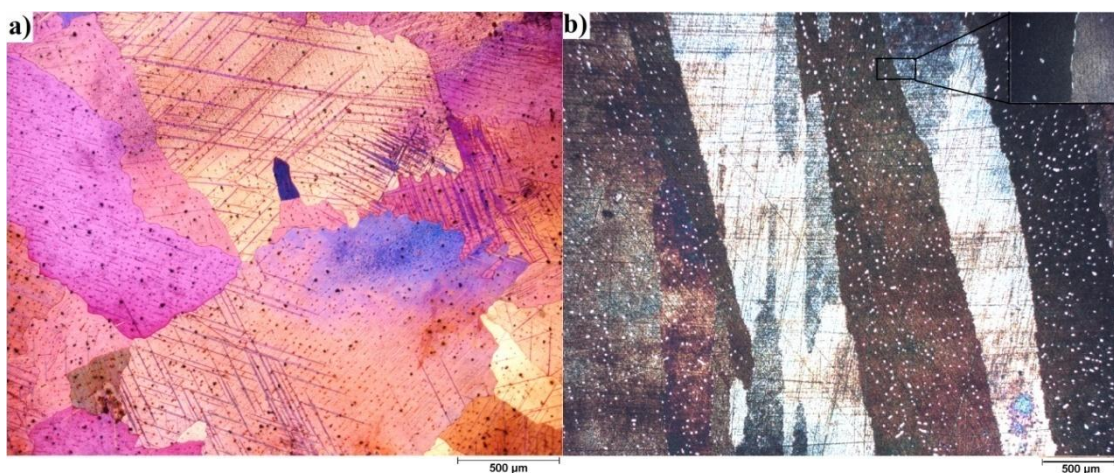


Figure III.A.2: Microstructure de l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids) à l'état : a) brut de coulée et b) mise en solution solide à 535 °C pendant 6h.

Chapitre III.A: Caractérisation de la microstructure et texture des alliages Mg-TR (TR= Nd et Ce) à l'état initial et hyper déformé

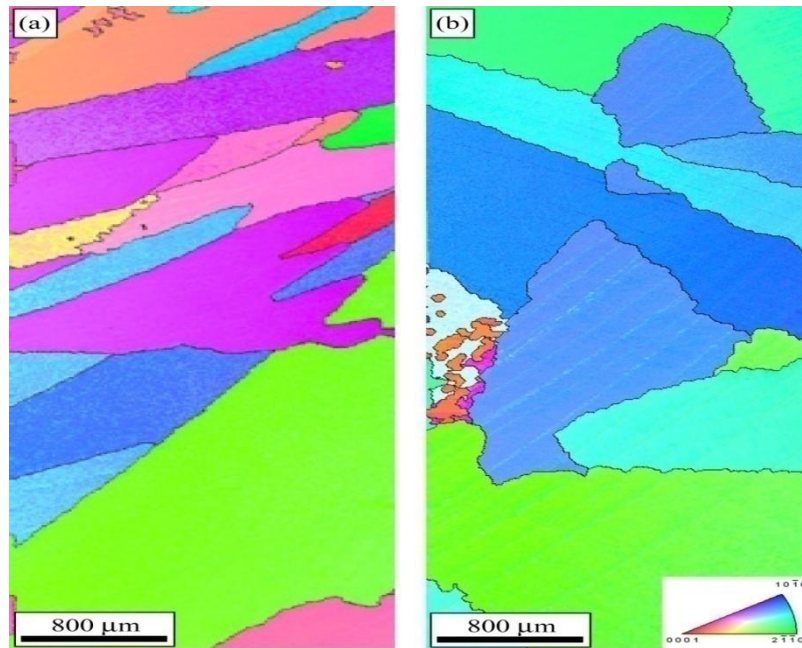


Figure III.A.3: Cartographies OIM-EBSD de l'alliage : a) Mg-1.43Nd b) Mg-1.44Ce (% en poids); mises en solution solide à 535 °C pendant 6h.

L'identification des phases existantes dans l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) a été réalisée par la diffraction des rayons X. Les figures III.A.4.a et III.A.4.B présentent respectivement les diffractogrammes des rayons X à l'état reçu et mise en solution solide de l'alliage étudié. Le diffractogramme des rayons X de l'alliage à l'état reçu montre l'existence des pics de la matrice Mg avec ceux de la deuxième phase précipité $Mg_{12}Nd$. Le diffractogramme de l'alliage après mise en solution solide ne présente que les pics de la matrice Mg. Cela confirme les observations obtenues sur les micrographies à l'état reçu et homogénéisé de l'alliage étudié.

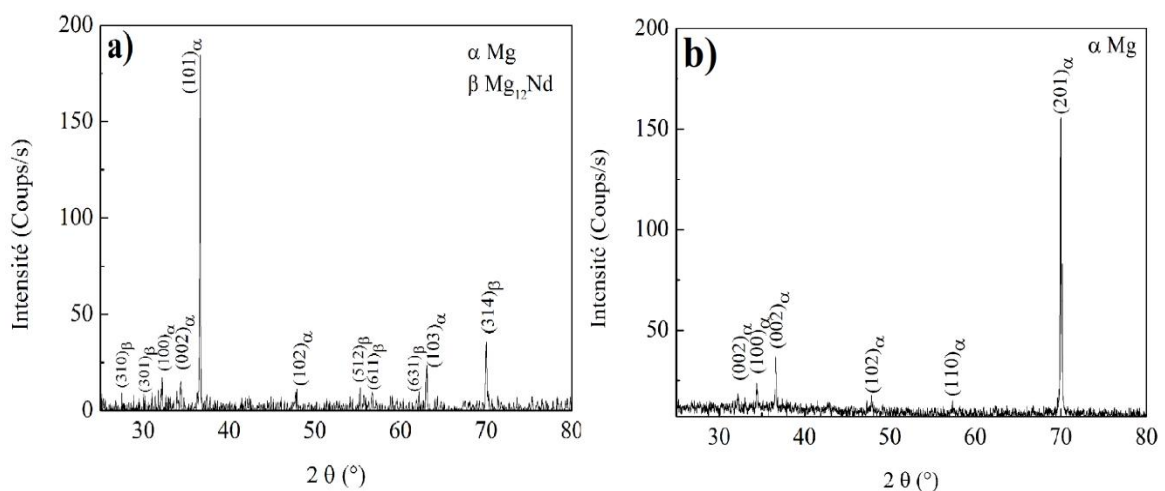


Figure III.A.4: Diffractogrammes de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) à l'état : a) brut de coulée et b) mise en solution solide à 535 °C pendant 6h. Agrandir mettre sur une page

Chapitre III.A: Caractérisation de la microstructure et texture des alliages Mg-TR (TR= Nd et Ce) à l'état initial et hyper déformé

Les figures III.A.5.a et III.A.5.b présentent respectivement les diffractogrammes avant et après le traitement de mise en solution solide de l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids). Le diffractogramme du présent alliage à l'état brut de coulée montre la présence de deux phases, la matrice Mg et la précipité $Mg_{12}Ce$. Tandis que le diffractogramme après mise en solution solide montre la présence d'une phase supplémentaire ($Mg_{17}Ce_2$) à celles-ci identifiées à l'état brut de coulée.

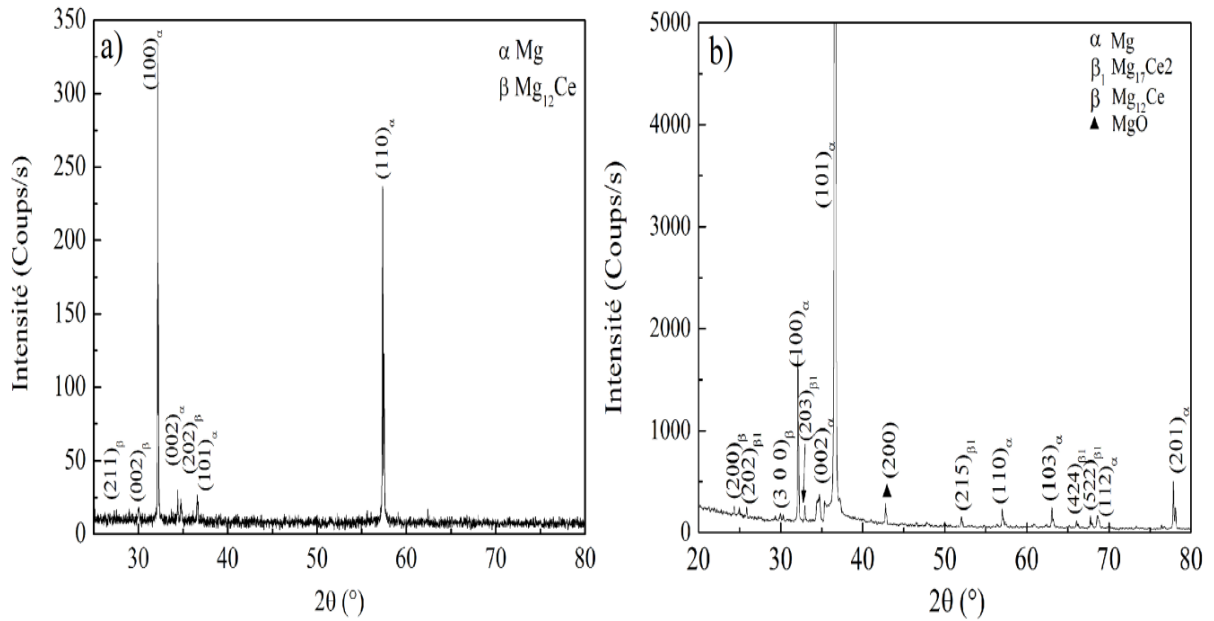


Figure III.A.5 : Diffractogrammes de l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids) à l'état : a) brut de coulée et b) mise en solution solide à 535 °C pendant 6h. Agrandir sur une page

III.A.2 Texture de déformation de l'alliage Mg-TR (TR= Nd et Ce)

L'évolution de la texture de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) après hyper déformation par la technique HPT à différents tours (1/2, 1, 5 et 10) est présentée dans la figure III.A.6 sous forme de, figures de pôles directes recalculées $\{0001\}$ et $\{10\bar{1}0\}$ et FDOC aux sections $\varphi_2 = 0$ et 30° (fig.III.A.7). La texture cristallographique a été mesurée sur le plan de cisaillement (SD, RD) et plus précisément au centre de disque.

La figure de pôle $\{0001\}$ du présent alliage après 1/2 tour HPT (fig.III.A.6.a) montre, respectivement, la présence de deux composantes de telle façon que le pôle basal est approximativement incliné de façon non symétrique (Splitting) de 15° et 40° par rapport a direction normale ND (avec une intensité de 4.9 mrd. D'après la FDOC (fig.III.A.7.a), l'intensité la plus élevée de deux composantes est respectivement localisée dans l'orientation $\{0001\}\langle\bar{7}520\rangle$, $\varphi_1 = 15^\circ$, $\Phi = 11^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ et $\{01\bar{1}2\}\langle 8\bar{1}7\bar{3}\rangle$, $\varphi_1 = 330^\circ$, $\Phi = 40^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ avec une intensité 5.1 mrd pour les deux.

Chapitre III.A: Caractérisation de la microstructure et texture des alliages Mg-TR (TR= Nd et Ce) à l'état initial et hyper déformé

Après 1 tour (fig.III.A.6.b) une fibre basale est formée autour de la direction normale ND avec une intensité de 4 mrd, alors qu'on peut observer une disparition totale de la composante $\{01\bar{1}2\} \langle 8\bar{1}7\bar{3} \rangle$ qui était présente déjà après $\frac{1}{2}$ tours. La FDOC qui correspond à 1 tour (fig.III.A.7.b) montre la formation de la fibre basale $\varphi_1 = 0-360^\circ$, $\Phi = 11^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ par une chaîne continue le long de l'angle φ_1 avec une intensité 4.3 mrd localisée proche l'orientation $\{0001\} \langle 7\bar{5}20 \rangle$, $\varphi_1 = 15^\circ$, $\Phi = 11^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$. L'élargissement de la fibre basale autour de la direction normale ND est mis en évidence dans la FDOC.

Après 5 tours (fig.III.A.6.c et III.A.7.c), la fibre basale $\varphi_1 = 0-360^\circ$, $\Phi = 11^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ reste stable et est toujours située dans l'orientation $\{0001\} \langle 7\bar{5}20 \rangle$, $\varphi_1 = 15^\circ$, $\Phi = 11^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ avec une forte intensité respectivement de 7.9 et 9 mrd pour la figure de pôles et la FDOC. On observe aussi une faible texture basale (l'axe C//ND) avec un renforcement répétitif de l'orientation $\{0001\} \langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$, $\varphi_1 = 15^\circ$, $\Phi = 11^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ (C//ND) avec une intensité 2 mrd au niveau de la FDOC. La composante $\{01\bar{1}1\} \langle \bar{1}011 \rangle$, $\varphi_1 = 130^\circ$, $\Phi = 60^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ est aussi formée avec une intensité de 3.8 mrd au niveau de FDOC. On remarque aussi la présence d'une fibre supplémentaire $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ // ND ($\varphi_1 = 0-360^\circ$, $\Phi = 90^\circ$, $\varphi_2 = 30^\circ$) avec une intensité de 2 mrd au niveau de la FDOC.

La poursuite de l'hyper déformation jusqu'à 10 tours (fig.III.A.6.d et III.A.7.d) a permis d'affaiblir, la composante $\{01\bar{1}1\} \langle \bar{1}011 \rangle$, $\varphi_1 = 130^\circ$, $\Phi = 60^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ et aussi la fibre basale $\varphi_1 = 0-360^\circ$, $\Phi = 11^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ avec une intensité de 3.5 et 6.5 mrd respectivement au niveau de FDOC, alors que les deux fibres $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ // ND et c//ND ont totalement disparu.

Les figures III.A.8 et III.A.9 présentent respectivement la texture de déformation sur le plan de cisaillement de l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids) sous forme de figures de pôles directes recalculées $\{0001\}$ et $\{10\bar{1}0\}$ et FDOC aux sections $\varphi_2 = 0$ et 30° .

D'après les figures III.A.8.a et III.A.9.a, au premier stade de déformation (après $\frac{1}{2}$ tour), une forte texture basale $\varphi_1 = 0-360^\circ$, $\Phi = 11^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ est formée avec une intensité 8.8 mrd (dans les PFs) qui est localisée autour de l'orientation $\{0001\} \langle 7\bar{5}20 \rangle$, $\varphi_1 = 15^\circ$, $\Phi = 11^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$. Un faible renforcement de texture basale est aussi mis en évidence autour de l'orientation $\{0001\} \langle 5\bar{7}60 \rangle$, $\varphi_1 = 45^\circ$, $\Phi = 0^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$. Après 1 tour, on peut observer un affaiblissement clair de la fibre basale qui est toujours autour de $\{0001\} \langle 7\bar{5}20 \rangle$, $\varphi_1 = 15^\circ$, $\Phi = 11^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ (6.2 mrd).

Chapitre III.A: Caractérisation de la microstructure et texture des alliages Mg-TR (TR= Nd et Ce) à l'état initial et hyper déformé

La déformation jusqu'à 5 tours (fig.III.A.8.c et III.A.9.c) montre une texture de fibre basale presque stable $\varphi_1 = 0-360^\circ$, $\Phi = 11^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ avec une intensité 6.2 mrd.

A haut niveau de déformation (10 tours), on peut voir un affaiblissement évident dans l'intensité des pôles basaux par une inclinaison presque symétrique vers deux composantes, la première $\{0001\} \langle 7\bar{5}20 \rangle$, $\varphi_1 = 15^\circ$, $\Phi = 11^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ déjà observée précédemment (avec une intensité 4 mrd au niveau de PF) et la deuxième autour de $\{0001\} \langle 8\bar{7}\bar{1}0 \rangle$, $\varphi_1 = 135^\circ$, $\Phi = 11^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ avec une intensité 4.2 mrd (au niveau PF). Deux composantes sont aussi formées, la première intense $\{01\bar{1}2\} \langle \bar{2}\bar{2}43 \rangle$, $\varphi_1 = 110^\circ$, $\Phi = 45^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ avec 4 mrd d'intensité (sur la figure de pôles) et la deuxième faible $\{11\bar{2}4\} \langle \bar{1}713\bar{4}1 \rangle$, $\varphi_1 = 165^\circ$, $\Phi = 40^\circ$, $\varphi_2 = 30^\circ$ avec 2.3 mrd.

Les résultats de texture démontrent que l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids) développe une texture faible par rapport à l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) durant HPT. Stanford [Stanford 2010B] ont rapporté que l'élément Ce exerce un effet intense sur la texture et la taille de grains comparativement avec d'autres éléments terres rares tels que, Y et Gd. Ceci est attribué avec l'interaction de l'élément Ce avec les dislocations et les joints de grains [Stanford 2010B]. Néanmoins, les investigations de Al-Samman *et al.* [Al-Samman 2011] sur les effets des éléments RE (RE= Ce, La, Nd et Gd) et aussi sur la modification de la texture après laminage intense de l'alliage ZEK 100 (% en poids) ont montré que les éléments Ce et Nd mènent à une évolution assez similaire de la texture. L'affaiblissement de la texture après l'addition des éléments RE a été associée à la trainée de Zener sur les joints de grains causée par les particules des précipités et les solutés, et la suppression du maillage (interaction particule/macles) [Bohlen 2007, Laser 2008, Stanford 2009].

En plus, les particules de la deuxième phase et leurs distribution/taille pourraient affecter fortement l'évolution de la texture. Li *et al.* [Li 2012] ont rapporté que la présence de particules de deuxième phase dans l'alliage AZ91 mène à un affaiblissement de la texture de déformation à haut niveau de déformation qui est causé par la réduction de l'activité du maillage et aussi par la favorisation de la recristallisation dynamique [Li 2012]. La suppression ou l'activation du maillage par l'interaction avec les particules de deuxième phase dépend fortement de leurs taille et distribution dans la microstructure [Clarke 1965, Mchargue 1963].

L'évolution de la texture dans les deux alliages est différente de celle de torsion typique. A titre d'exemple, la plupart des plans (0002) des grains ont été orientés de façon parallèle au

Chapitre III.A: Caractérisation de la microstructure et texture des alliages Mg-TR (TR= Nd et Ce) à l'état initial et hyper déformé

plan de cisaillement (SD-RD) [Guo 2013]. De même, Huang *et al* [Huang 2013] ont trouvé que la température de déformation par HPT affecte l'angle entre l'axe-c et celui de torsion. Leurs résultats montrent que l'axe-c est loin de 10° de l'axe de torsion à 25 et 100 °C alors que seulement de 5° à 200 °C [Huang 2013]. La texture du Mg pur déformé par HPT à température ambiante jusqu'à 8 tours était typiquement de torsion après un tour [Qiao 2014]. Une texture fibreuse basale faible qui sature avec l'augmentation de nombre de tours (jusqu'à 5 tours) a été rapportée dans le cas de l'alliage ZK60A (Mg-6Zn-0.5Zr, (% en poids)) déformé par HPT à température ambiante [Lee 2015].

La formation de la texture de torsion a été attribuée à l'activation des macles de tension $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$ qui causent la rotation des pôles basaux d'un angle de 86.3° suivant la direction de cisaillement [Lee 2015]. Durant la déformation par HPT et, des lors que les grains sont orientés de façon où le glissement de dislocations sur le plan basal $\langle a \rangle$ ou prismatique $\langle a \rangle$ peut dominer sur le maclage, l'axe c devient perpendiculaire à la direction de cisaillement et le facteur de Schmid de dislocation de type $\langle a \rangle$ n'est pas nul.

Dans la présente étude, la texture initiale est considérée comme aléatoire, donc le glissement, basal $\langle a \rangle$, prismatique $\langle a \rangle$, pyramidal $\langle c + a \rangle$ et le maclage peuvent tous contribuer à la déformation des matériaux lors de l'HPT [Huang 2013] et il en résulte par conséquence différentes textures de celles rapportées dans les alliages de magnésium après déformation conventionnelle [Qiao 2014, Lee 2015, Huang 2013].

Récemment, plusieurs travaux sur les alliages contenant les éléments terres rares ont montré une faible intensité de texture par rapport aux alliages conventionnels de magnésium tels que, la série AZ [Huang 2013, Azzeddine 2012A, Azzeddine 2012B, Zhilyaev 2008]. En effet, la texture obtenue dans le présent travail n'était pas seulement plus faible, mais le caractère qualitatif de la texture a également été modifié.

On peut dire aussi que le changement du mode de déformation dans le présent alliage et/ou d'autres peut être attribué à deux facteurs: l'affinement des grain et la formation de précipités durant l'HPT car ceux-ci sont capables à modifier la valeur de scission résolue critique, CRSS de différents plans de glissement tels que basal $\{0001\}$, prismatique $\{01\bar{1}1\}$ et pyramidal $\{10\bar{1}1\}$ [Biswas 2010, Valle 2006].

Chapitre III.A: Caractérisation de la microstructure et texture des alliages Mg-TR (TR= Nd et Ce) à l'état initial et hyper déformé

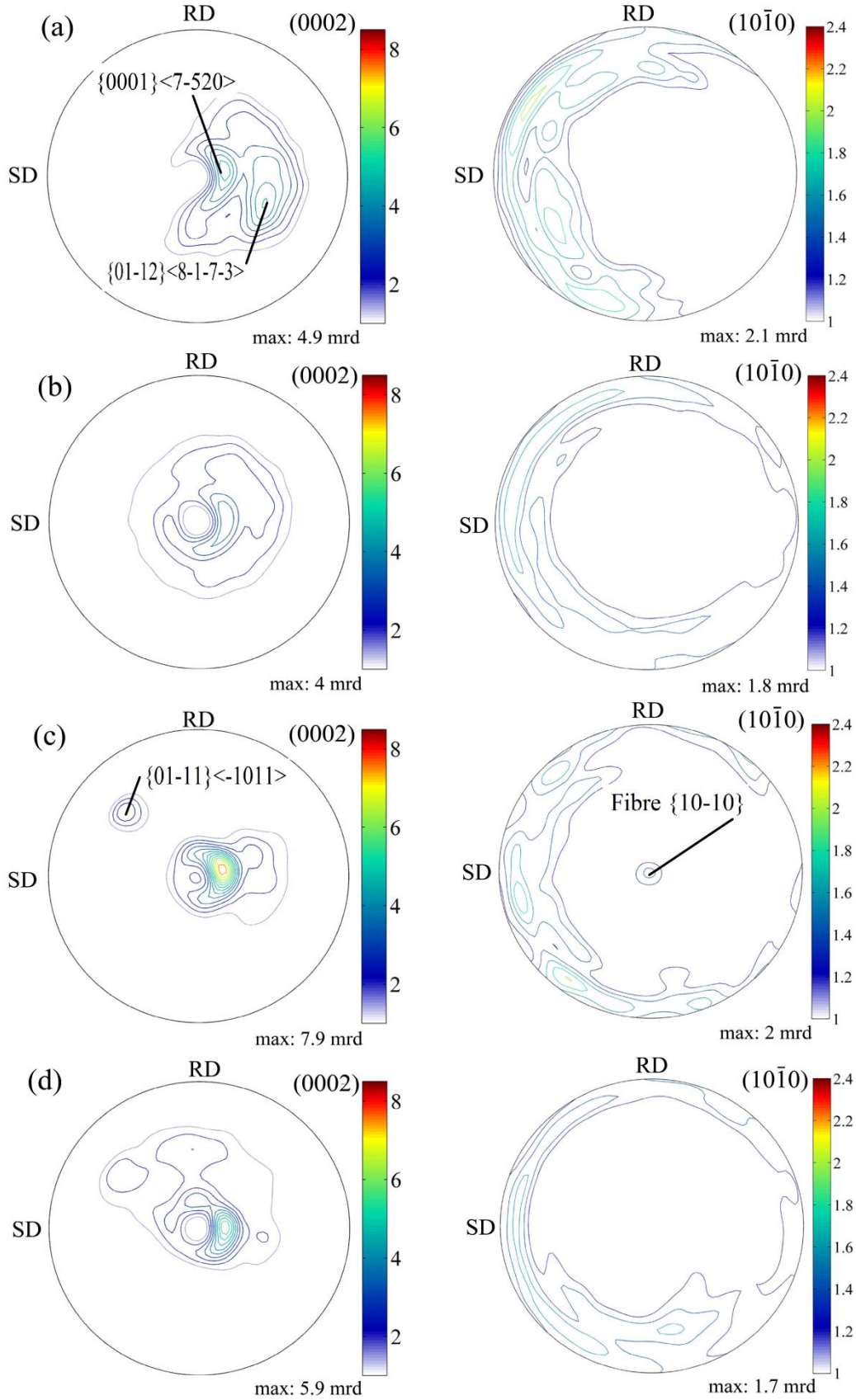


Figure III.A.6: Figures de pôles recalculées de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) hyper déformé par HPT jusqu'à : a) 1/2, b) 1, c) 5 et d) 10 tours.

Chapitre III.A: Caractérisation de la microstructure et texture des alliages Mg-TR (TR= Nd et Ce) à l'état initial et hyper déformé

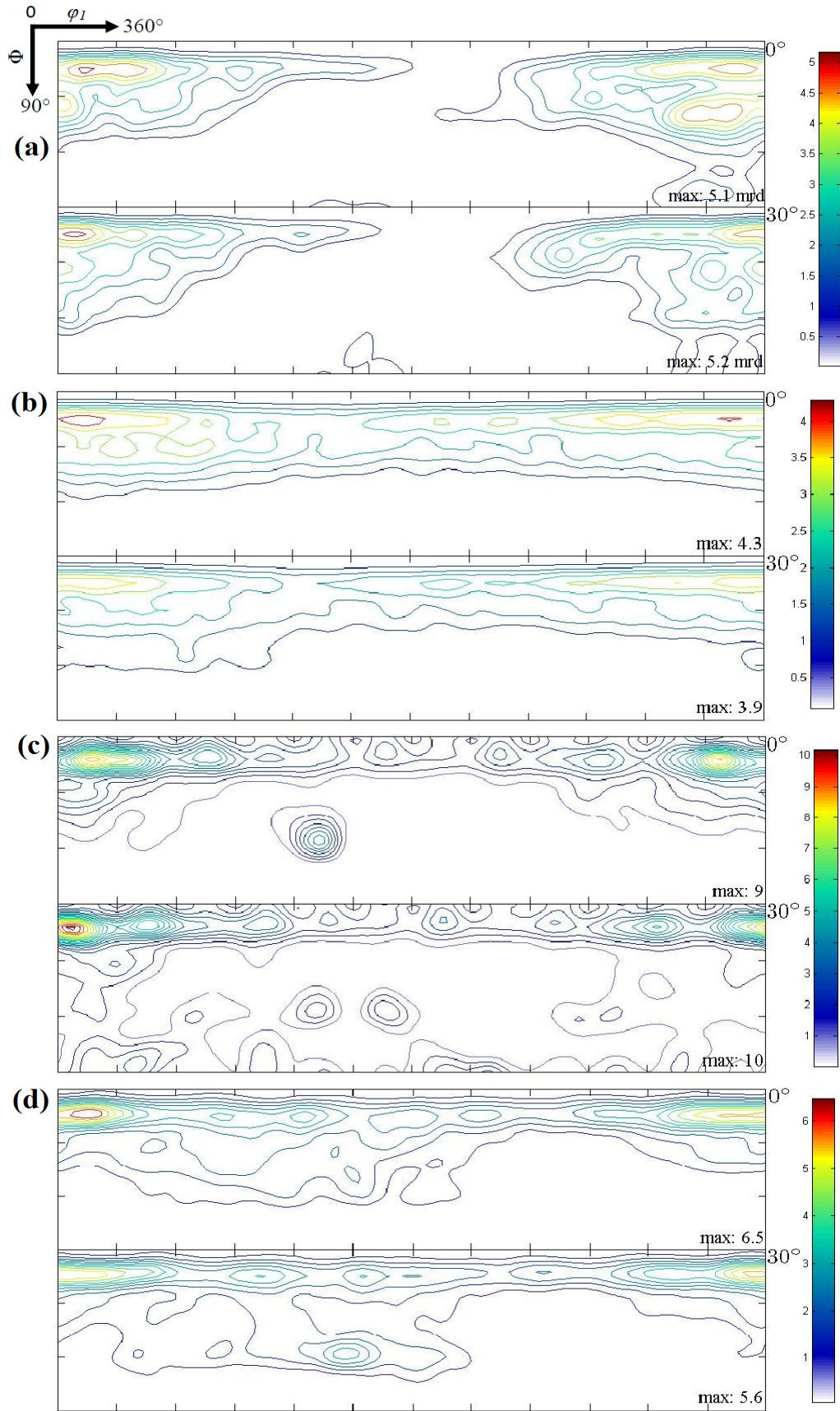


Figure III.A.7: FDOC aux sections $\phi_2 = 0$ et 30° de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) hyper déformé par HPT jusqu'à : a) 1/2, b) 1, c) 5 et d) 10 tours.

Chapitre III.A: Caractérisation de la microstructure et texture des alliages Mg-TR (TR= Nd et Ce) à l'état initial et hyper déformé

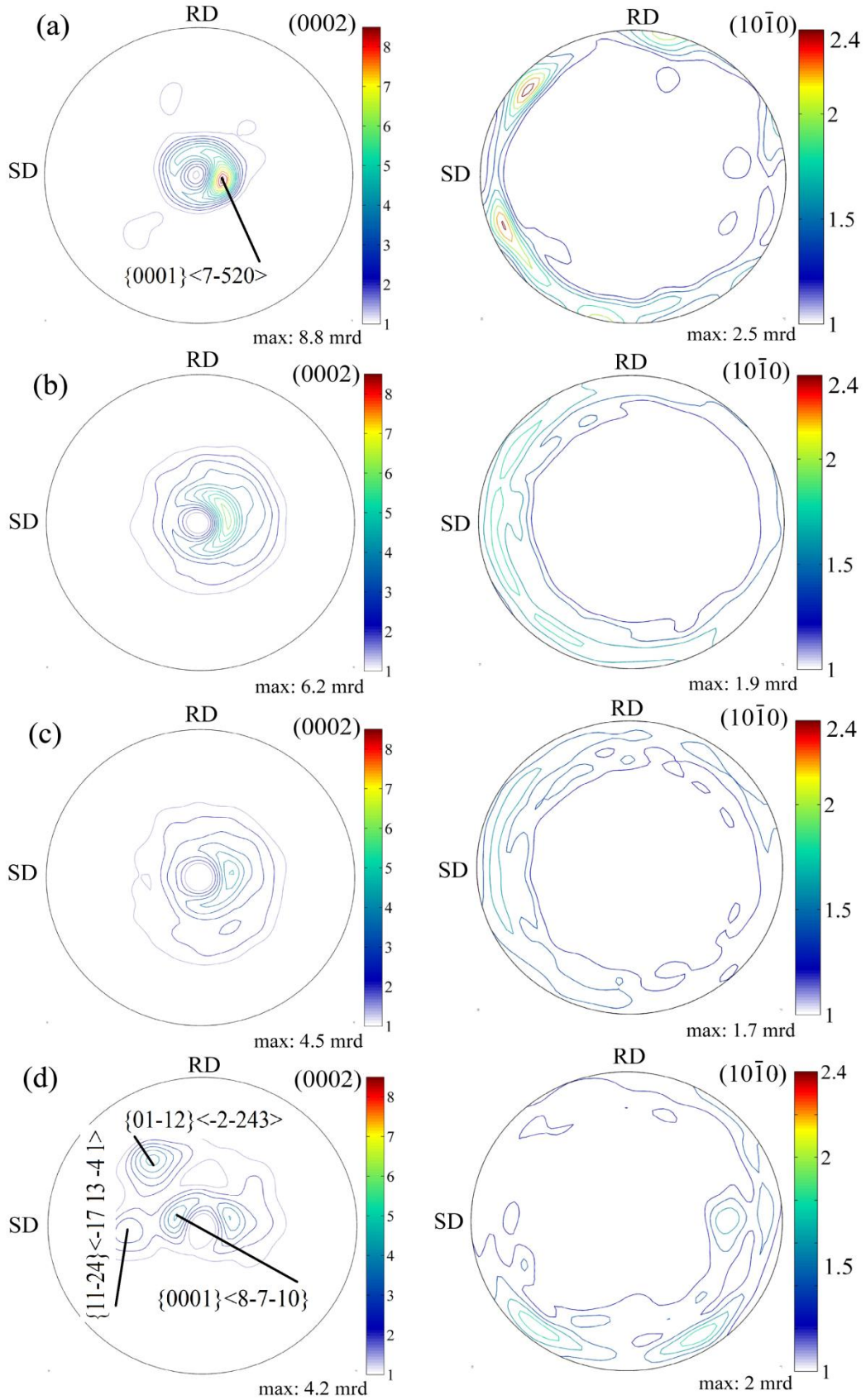


Figure III.A.8: Figures de pôles de l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids) hyper déformé par HPT jusqu'à : a) 1/2, b) 1, c) 5 et d) 10 tours.

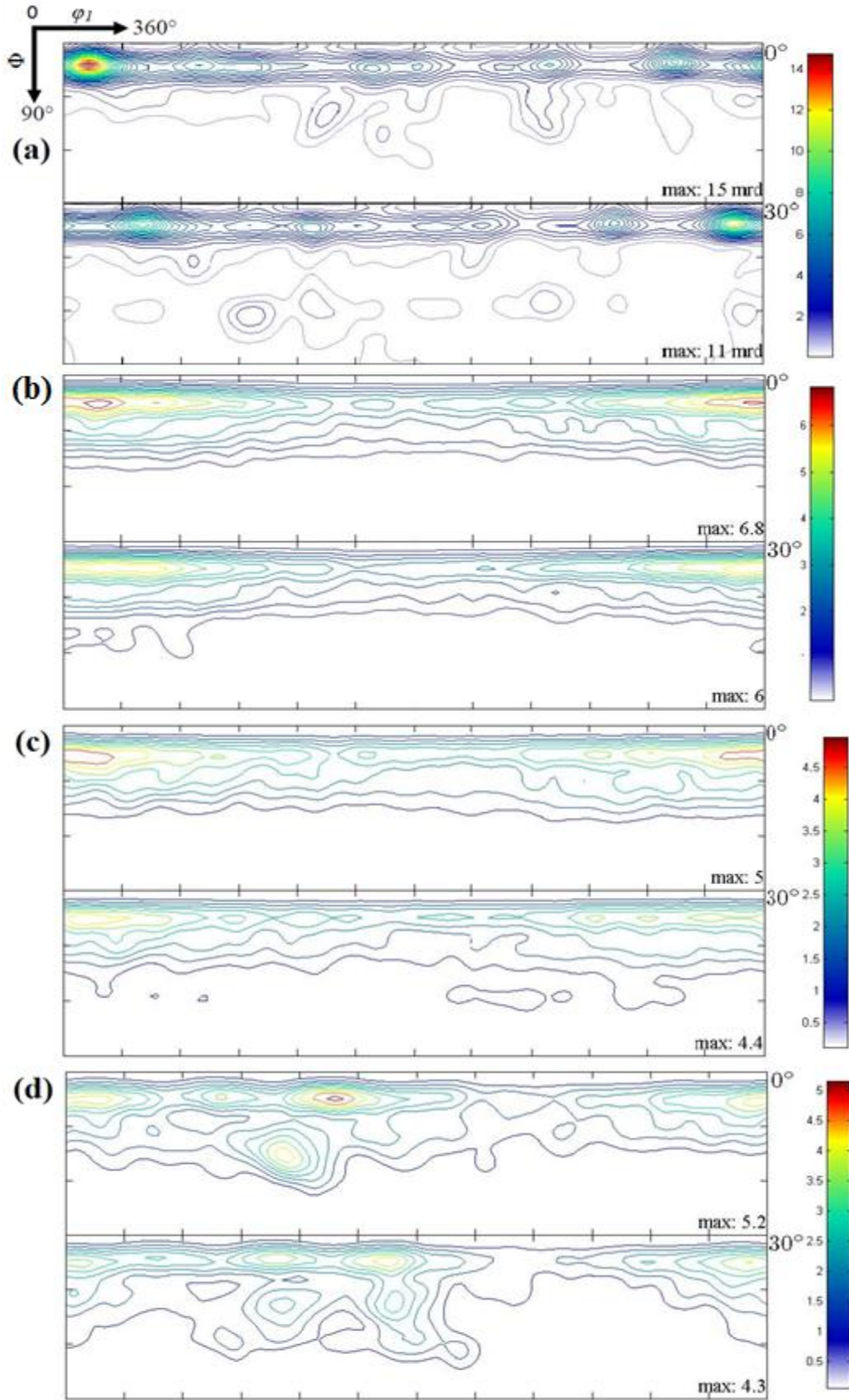


Figure III.A.9: FDOC aux sections $\phi_2= 0$ et 30° de l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids) hyper déformé par HPT jusqu'à : a) 1/2, b) 1, c) 5 et d) 10 tours.

Chapitre III.A: Caractérisation de la microstructure et texture des alliages Mg-TR (TR= Nd et Ce) à l'état initial et hyper déformé

III.A.3 Evolution de la microdureté de l'alliage Mg-TR (TR= Nd, Ce) hyper déformé par HPT

La figure III.A.10 montre l'évolution de la microdureté Vickers, Hv au centre des disque des alliages Mg-1.43Nd et Mg-1.44Ce (% en poids) hyper déformé par HPT jusqu'à 10 tours. La microdureté augmente considérablement avec l'augmentation de nombre de tours. Les valeurs maximales, respectivement 65 et 96 Hv, sont approximativement 57% et plus de 100% supérieures à la microdureté des alliages Mg-Ce et Mg-Nd à l'état non déformé.

La microdureté du magnésium pur en solution solide à 500 °C pendant 1 h est approximativement de 29 [Edalati 2011]. La microdureté augmente avec l'addition de éléments terres rares, RE [Peng 2009, Yang 2011]. De plus, plusieurs travaux [Zong 2012, Bi 2011, Zhang 2011] ont rapporté que les éléments terres rares améliorent positivement les propriétés du magnésium pur via le traitement de mise en solution solide et le durcissement par précipitation. L'augmentation considérable de la microdureté entre ½ et 1 tour de HPT pourrait être expliquée par le durcissement par écrouissage et la réduction de la taille de grain. En effet, quelques auteurs ont rapporté une subdivision intense de grains après un tour de HPT [Qiao 2014, Lee 2015, Khereddine 2013].

Le petit changement de Hv entre 1 et 10 tours est associé, d'un côté, à la saturation de la subdivision de grains et la densité de dislocations. D'un autre côté, à l'annihilation de dislocations (Static Recovery) [Cizek 2005]. L'état presque stable de Hv à haut niveau de déformation pourrait s'expliquer par la génération de dislocation (Work Hardening) et leur annihilation comme l'ont mentionné Straumal *et al.* [Straumal 2015]. Les valeurs présentes de Hv sont supérieures (plus de 20%) à celles trouvées dans les alliages Mg-Ce et Mg-Nd revenu (Aged) [Rokhlin 2003, Saito 2013]. De plus, la microdureté Vickers du magnésium pur hyper déformé par HPT jusqu'à 10 tours varie entre 35 et 45 [Edalati 2011].

L'évolution de la microdureté dans la présente investigation suit une tendance similaire de plusieurs métaux déformés par HPT ou d'autre techniques SPD [Qiao 2014, Kawasaki 2014A, Edalati 2011].

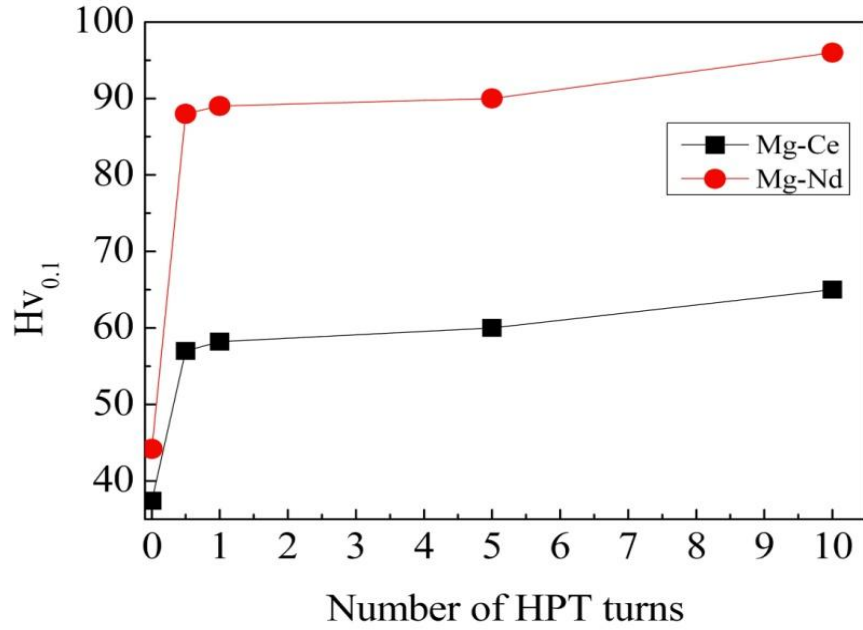


Figure III.A.10: Evolution de la microdureté Vickers au centre de disque de l'alliage Mg-1.43Nd et Mg-1.44Ce (% en poids) après déformation par HPT à différents tours ½, 1, 5 et 10 tours. L'incertitude relatif est estimé entre $2.5 \leq \frac{\Delta H}{H} \leq 5\%$.

PARTIE B:

**Analyse par DSC de la
recristallisation de l'alliage Mg-TR
(TR= Nd et Ce) après HPT**

Introduction

Les microstructures des matériaux déformés par les techniques sévères, SPD avec des grains ultra fins sont généralement thermiquement instables à cause de la présence de grandes densité de dislocations et des contraintes résiduelles qui peuvent limiter leurs applications industrielles [Zakharov 2003, Aikaterini 2010].

Le recuit thermique des matériaux déjà déformés est souvent utilisé afin d'atteindre un état plus ou moins stable sous l'effet de phénomène de restauration et de recristallisation. Donc, il est nécessaire d'étudier la stabilité thermique des matériaux hyper déformés. La recristallisation dans les alliages à base de magnésium a été largement examinée après déformation conventionnelle [Yue 2010, Azzeddine 2012], mais pas beaucoup après les procédés SPD à haute température [Dumitru 2014B, Straska 2014] et rarement à basse température [Chao 2011].

Ainsi, cette partie est focalisée sur l'évolution de la température de la recristallisation et sa cinétique (fraction recristallisée, énergie d'activation, paramètre d'Avrami) de deux alliages binaires Mg-1.43Nd et Mg-1.44Ce (% en poids) hyper déformés par HPT à température ambiante jusqu'à 10 tours en utilisant la technique d'analyse enthalpique différentielle, DSC.

III.B.1 Présentation des thermogrammes DSC des alliages Mg-Nd et Mg-Ce pour différents tours et vitesses de chauffage

Les figures III.B.1 et III.B.2 présentent des thermogrammes DSC à différentes vitesses de chauffages (5, 10, 20 et 30 °C/min) des alliages Mg-1.43Nd et Mg-1.44Ce (% en poids), soumis à ½, 1, 5 et 10 tours d'hyper déformation par la technique HPT à température ambiante.

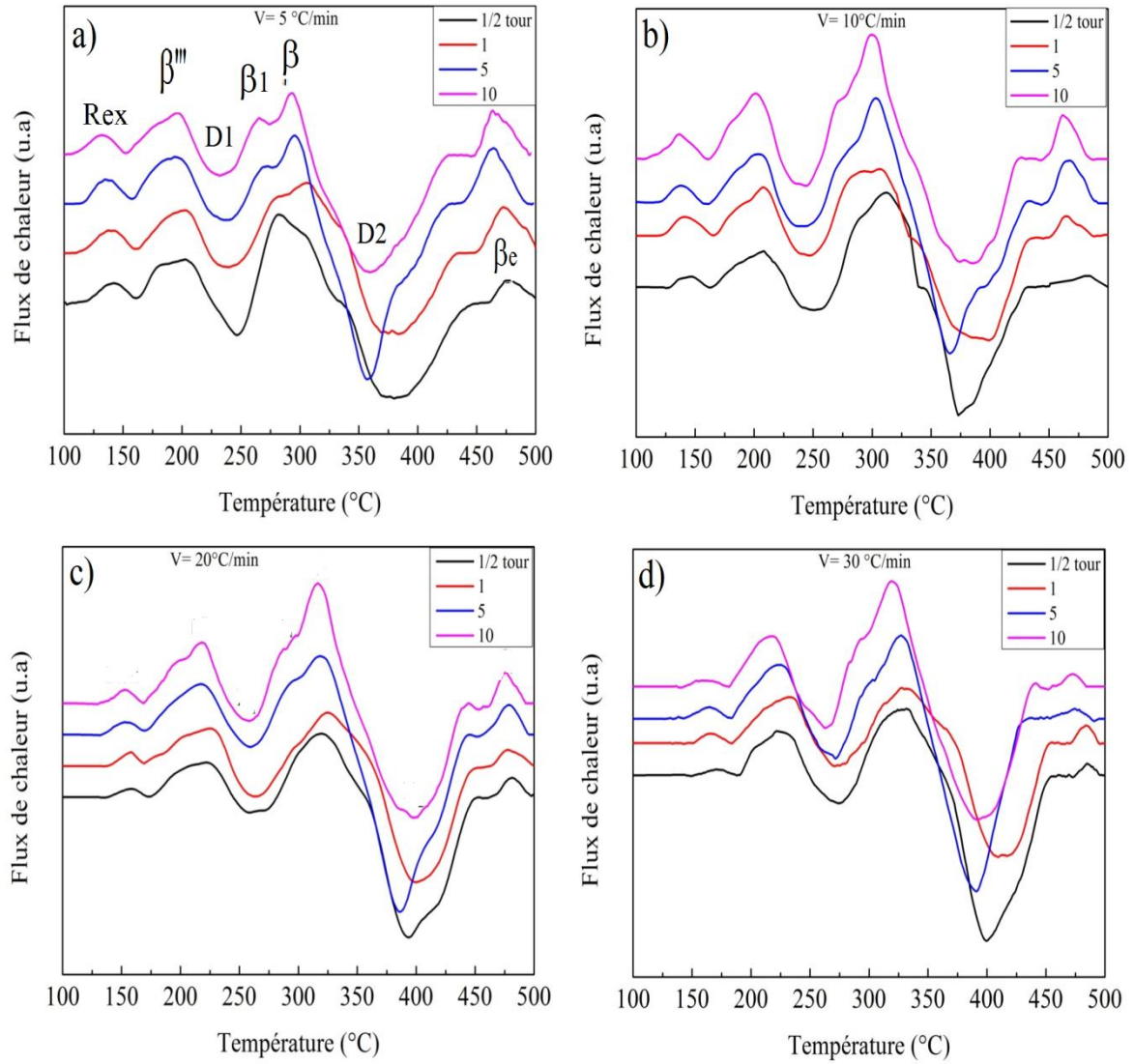


Figure III.B.1: Thermogrammes de DSC de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) hyper déformé par HPT jusqu'à 10 tours avec différentes vitesses de chauffage: a) 5, b) 10, c) 20 et d) 30 °C/min.

Chapitre III.B : Analyse par DSC de la recristallisation de l'alliage Mg-TR (TR= ND et Ce) après HPT

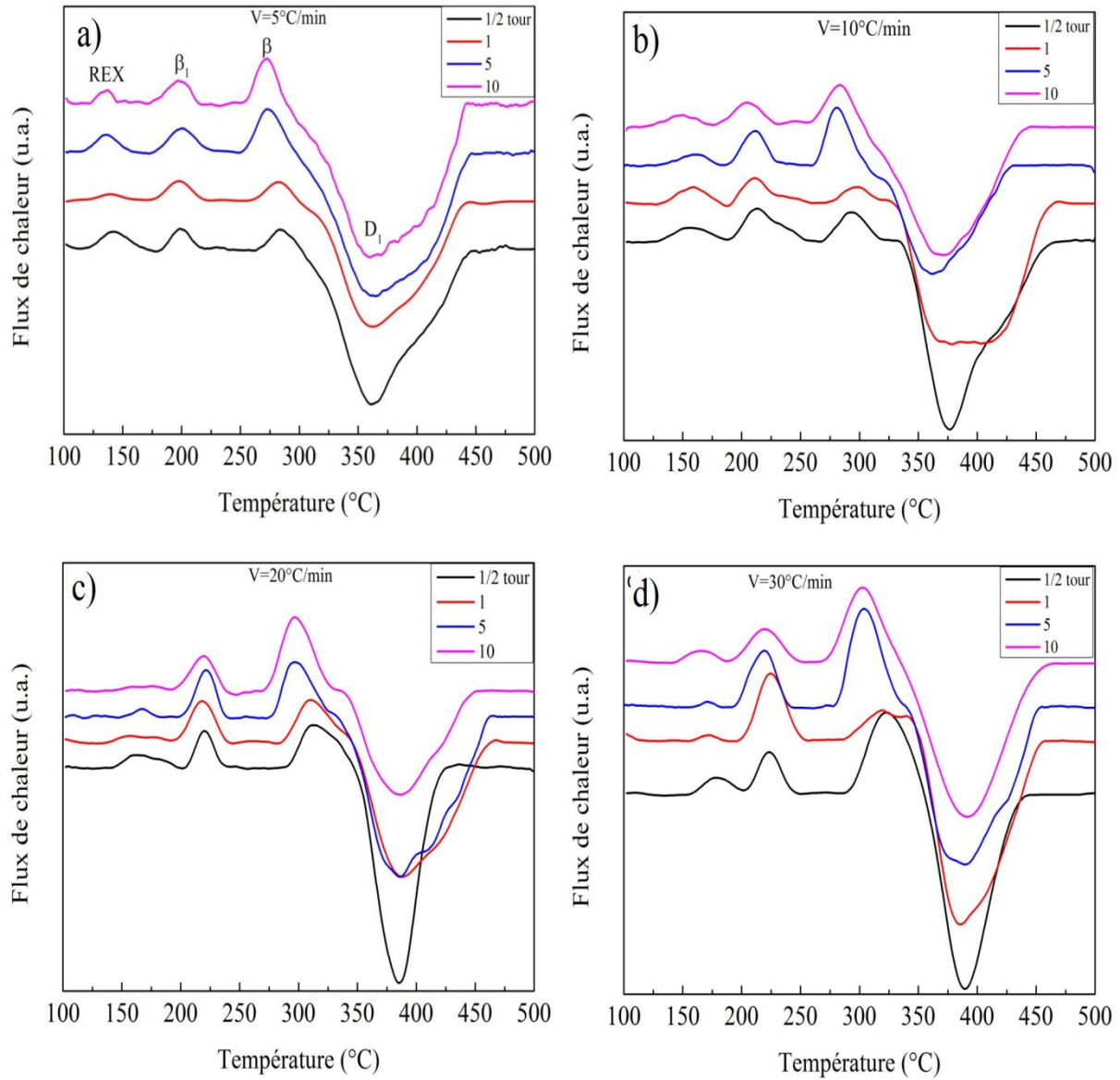


Figure III.B.2: Thermogrammes DSC de l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids) hyper déformé par HPT jusqu'à 10 tours avec différentes vitesses de chauffage; a) 5, b) 10, c) 20 et d) 30 °C/min.

Tous les thermogrammes enregistrés avec une vitesse de 5 °C/min pour l'alliage Mg-Nd (fig.III.B.1.a) montrent 5 pics exothermiques labellisés Rex, β''' , β_1 , β et β_e et deux pics endothermiques D_1 et D_2 . Le premier pic exothermique (Rex) autour de 170 °C est associé à la libération de l'énergie stockée lors de la recristallisation de la microstructure. Le deuxième pic exothermique est associé à la précipitation de la phase métastable β''' (indifférencié β'' -DO₁₉-Mg₃Nd et β' -Mg₇Nd) [Natarajan 2016] et leur dissolution pourrait être reconnue par le pic endothermique D_1 autour de 250 °C. Le troisième pic exothermique correspond à la précipitation de la phase β_1 -Mg₃Nd suivie par une

Chapitre III.B : Analyse par DSC de la recristallisation de l'alliage Mg-TR (TR= ND et Ce) après HPT

précipitation de la phase β -Mg₁₂Nd par l'apparition du quatrième pic exothermique autour de 330 °C. Le pic endothermique D₂ autour de 400 °C correspond à la dissolution des deux phases β_1 -Mg₃Nd et β -Mg₁₂Nd. Le dernier pic exothermique pourrait être associé au précipité d'équilibre β_e -Mg₄₁Nd₅. Les thermogrammes aux vitesses 5, 10 et 30 °C/min montrent la même tendance.

La mise en évidence de cette séquence complexe de précipitation est en bon accord avec celle déjà rapportée dans la littérature [Nie 2012, Natarajan 2016]. On peut conclure alors que le procédé HPT à froid de notre alliage ne change pas considérablement la séquence de précipitation.

D'après tous les thermogrammes à différentes conditions dans l'alliage Mg-Ce (fig.III.B.2), on peut observer 3 pics exothermiques labellisés Rex, β_1 , β et un pic endothermique D. Le premier pic exothermique (Rex) correspond au phénomène de recristallisation suivie par un deuxième et troisième pic exothermiques qui sont associés, respectivement, aux phases précipitées β_1 -Mg₁₇Ce₂ et β -Mg₁₂Ce. La dissolution de la phase métastable β_1 -Mg₁₇Ce₂ pourrait être observée par le pic endothermique D. Une telle séquence de précipitation a été déjà rapportée dans la littérature [Evdokimenko 1963] tandis que Saito et Kaneki [Saito 2013] ont rapportés dans leurs travaux que la séquence de précipitation dans l'alliage Mg-0.5Ce (% en atome) est comme suite : SSS (Solution Solide Sursaturée), zones GP, β_1 -Mg₃Ce et β -Mg₁₂Ce dont la température de vieillissement allant de 180 à 250°C. Alors on peut constater que le procédé HPT sur notre alliage a pu changer la séquence de précipitation en modifiant la nature du premier précipité.

Basu et Al-Samman [Basu 2014] ont conclu après une déformation conventionnelle par laminage de l'alliage Mg-1Ce (% en poids) que la germination de la recristallisation a été initiée dans les bandes de cisaillement et près des particules de deuxième phase. Les auteurs ont aussi observé qu'il y a une compétition entre la trainée de Zener par les particules de deuxième phase Mg₁₂Ce et l'évènement de la recristallisation stimulée par les mêmes particules. Dans le présent alliage, le procédé HPT a pu changer la séquence entre la recristallisation et la précipitation.

Le faible effet thermique avant le pic de recristallisation pourrait être lié au phénomène de restauration. Suwas *et al.* [Suwas 2004] ont examiné expérimentalement la stabilité thermique de deux métaux purs (Cu et Ag) hyper déformés par ECAP suivant la route A. Dans le cas de cuivre pur, les thermogrammes de DSC ont montré deux pics distincts qui sont attribués à la restauration et la recristallisation. Usuellement, sous le régime de chauffage continu (mode statique) des matériaux hyper déformés par ECAP,

Chapitre III.B : Analyse par DSC de la recristallisation de l'alliage Mg-TR (TR= Nd et Ce) après HPT

l'évolution du signal calorimétrique montre deux pics exothermiques, le premier petit pic est associé aux lacunes qu'il n'est pas toujours clairement aisé d'identifier et le deuxième pic (plus élargi que le premier) est associé au mécanisme de l'annihilation des dislocations et leur mouvement (recristallisation). Cette observation a été déjà notée dans l'alliage Cu-Cr-Zr [Abib 2015] et Al-Mg [Wang 1996] hyper déformé par la technique ECAP. Celle-ci a été associée au phénomène de restauration (Recovery) qui peut avoir lieu avant la recristallisation.

L'interaction entre la recristallisation et la précipitation a été examinée et discutée par Hornbogen et Köster [Hornbogen 1978]. Dans la présente étude, le phénomène de recristallisation précède une séquence complexe de précipitation. Une fois la recristallisation est complète, la précipitation peut se produire dans le matériau recristallisé. Notre observation semble suivre le régime III du schéma proposé par Hornbogen et Köster [Hornbogen 1978]. Durant le régime III, la recristallisation est achevée avant la précipitation et elle n'est pas affectée par les particules des autres phases (précipités).

Les figures III.B.3 et III.B.4 présentent respectivement les valeurs de la température de recristallisation des alliages Mg-1.43Nd et Mg-1.44Ce (% en poids) en fonction de nombre de tours de HPT à différentes vitesses de chauffages 5, 10, 20 et 30 °C/min.

D'après la figure III.B.3, il est clair que la température de recristallisation est dans l'intervalle 138-172.5 °C. De plus, il est évident que la température du pic de recristallisation augmente avec l'augmentation de la vitesse de chauffage et elle diminue avec l'augmentation de déformation introduite par HPT. Des tendances similaires ont été rapportées dans le cas de cuivre pur déformé par la technique ECAP à température ambiante [Higuera-Cobos 2013]. Dumitru *et al.* [Dumitru 2014B] ont rapporté une observation controversée dans le cas de l'alliage ZK60 sévèrement déformé par la technique ECAP à 250 °C. Les auteurs ont observés une légère augmentation du pic de température quand le nombre des passes ECAP augmente. Cette différence pourrait être attribuée à la présence de recristallisation dynamique lors de déformation et d'autre part, une probable recristallisation statique a eu lieu à 250 °C entre les passes. Dans le présent alliage, la température de recristallisation a été considérablement réduite sous l'effet de déformation sévère par rapport à la déformation plastique conventionnelle. Rokhlin [Rokhlin 2003] a rapporté que parmi les alliages Mg-TR, l'alliage Mg-Nd avait une température de recristallisation la plus élevée (300 °C). A titre d'exemple, pour l'alliage Mg-2.65Nd (% en poids) laminé, la température de recristallisation était aux alentours de 300 °C [Rokhlin 2003]. Plusieurs travaux ont considéré que le phénomène de

Chapitre III.B : Analyse par DSC de la recristallisation de l'alliage Mg-TR (TR= ND et Ce) après HPT

recristallisation (sa température) est fortement affecté par une précipitation simultanée [Azzeddine 2012A, Azzeddine 2012B, Rokhlin 2003]. Le présent résultat montre que la déformation plastique sévère par HPT influence considérablement la température de recristallisation en l'absence de toute précipitation simultanée.

D'après la figure III.B.4, on peut noter que la température de recristallisation dans l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids) varie de 135.6 °C (pour 10 tours à la vitesse 5 °C/min) jusqu'à 177 °C (pour ½ tour à la vitesse 30 °C/min). Chao *et al.* [Chao 2011] ont mentionné que les alliages conventionnels de Mg (AZ31 par exemple) peuvent facilement subir la recristallisation à 200 °C, tandis qu'il est très connu que les éléments terres rares retardent la recristallisation à basse température dans les alliages de magnésium [Basu 2013, Humphreys 2003, Humphreys 2004, Stanford 2010]. Basu *et al.* [Basu 2013] ont étudié la modification de la texture et microstructure de deux alliages Mg-1Ce et Mg-1Gd (% en poids) après déformation à froid par laminage simple et recuit avec une température allant de 250 jusqu'à 450 °C. Les auteurs ont observé dans la texture de Mg-1Ce et Mg-1Gd, un début d'élargissement du pôle basal vers les deux directions TD et RD après 300 et 350 °C de recuit pour les deux alliages. Cet élargissement est traduit au niveau de la microstructure par la germination de nouveaux grains le long de bande de cisaillement (SBN) et autour des particules de deuxième phase (PSN) pour les deux alliages respectivement. Les hautes températures de recristallisation ne sont pas surprenantes pour les alliages Mg-Ce et Mg-Gd, car ce fait pourrait être attribué aux rôles des particules de deuxième phase ($Mg_{12}Ce$ dans le cas de l'alliage Mg-Ce) et la ségrégation des atomes de soluté aux dislocations et aux joints de grains (le cas de l'alliage Mg-Gd) qui empêchent la recristallisation [Basu 2013]. Nous apportons donc les mêmes conclusions que celles pour l'alliage Mg-Nd.

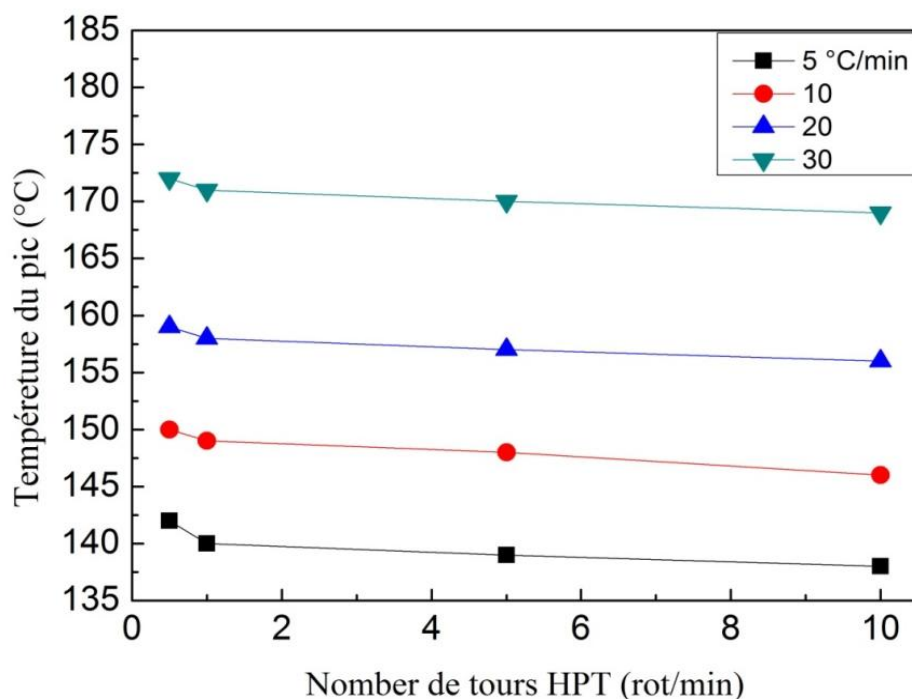


Figure III.B.3: Evolution de température de recristallisation de l'alliage Mg-1.44Nd (% en poids) en fonction de nombre de tours de HPT avec différentes vitesses de chauffage; 5, 10, 20 et 30 °C/min.

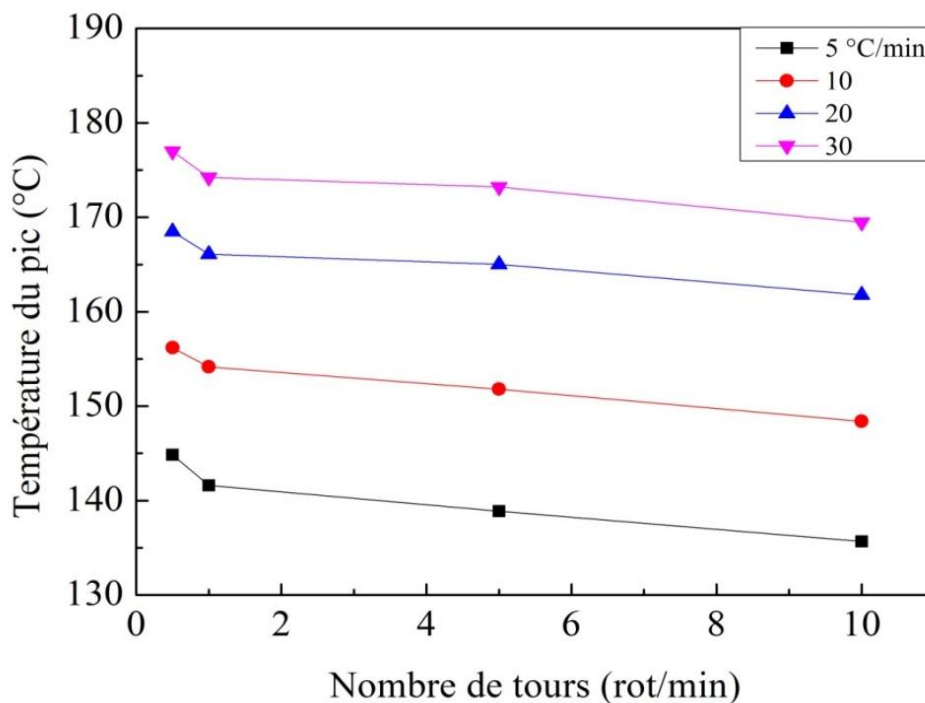


Figure III.B.4: Evolution de la température de recristallisation de l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids) en fonction de nombre de tours de HPT avec différentes vitesses de chauffage; 5, 10, 20 et 30 °C/min.

Chapitre III.B : Analyse par DSC de la recristallisation de l'alliage Mg-TR (TR= Nd et Ce) après HPT

III.B.2 Evaluation de l'énergie d'activation de la recristallisation des alliages Mg-Nd et Mg-Ce

Les figures III.B.5 et III.B.6 présentent les courbes de Kissinger, respectivement de Boswell et Ozawa qui correspondent à l'analyse du pic de recristallisation mesuré par DSC en utilisant quatre vitesses de chauffages (5, 10, 20 et 30 °C) pour les alliages Mg-1.43Nd et Mg-1.44Ce (% en poids) hyper déformés à froid par la technique HPT jusqu'à 10 tours. Toutes les courbes s'alignent sur des droites. Les énergies d'activations pour les deux alliages Mg-Nd et Mg-Ce ont été calculées à partir des pentes et elles sont respectivement représentées dans les tableaux III.B.1 et III.B.2.

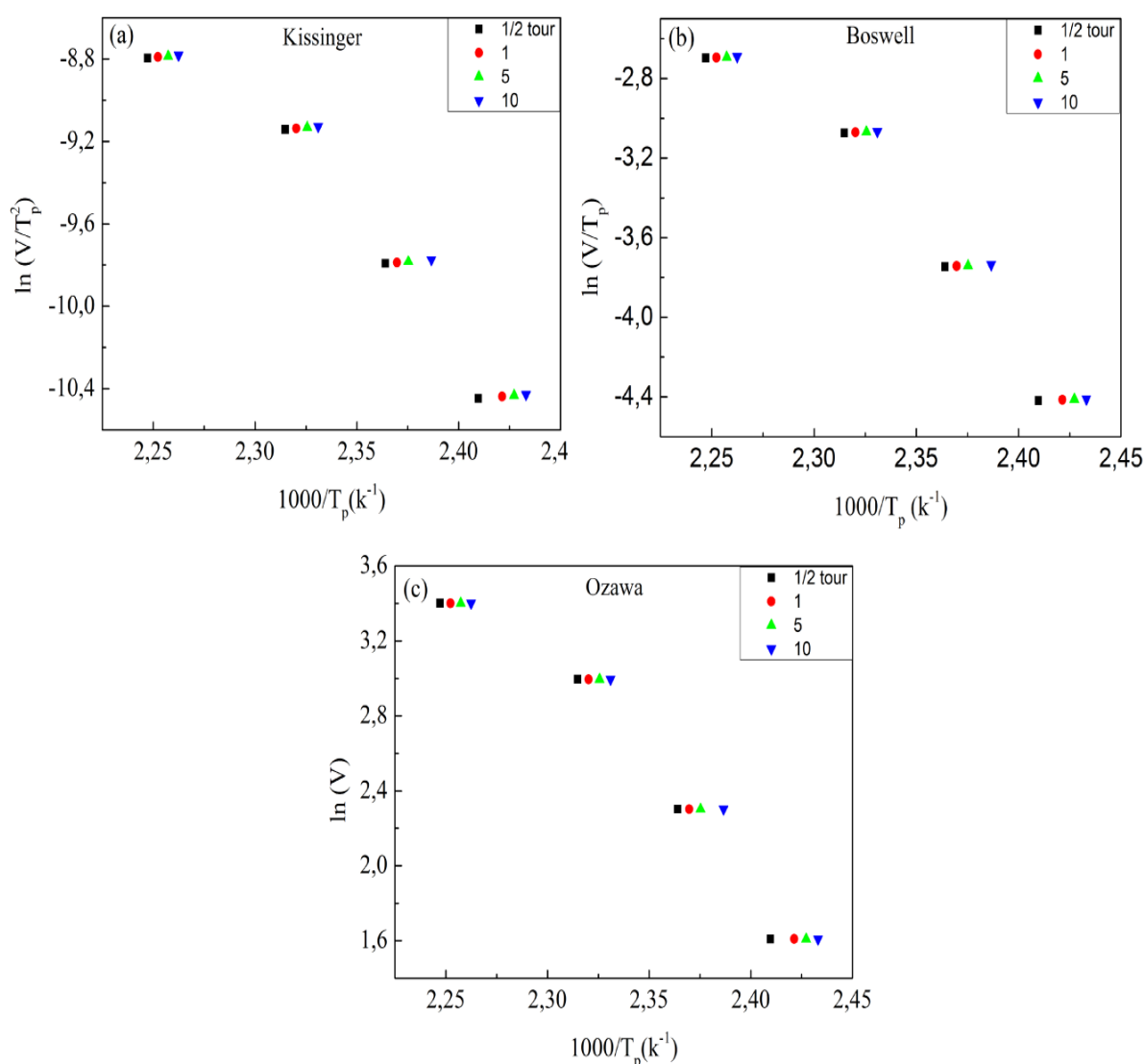


Figure III.B.5: Courbes de : a) Kissinger, b) Boswell et c) Ozawa; pour le pic de recristallisation de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) hyper déformé par HPT jusqu'à 10 tours.

Chapitre III.B : Analyse par DSC de la recristallisation de l'alliage Mg-TR (TR= ND et Ce) après HPT

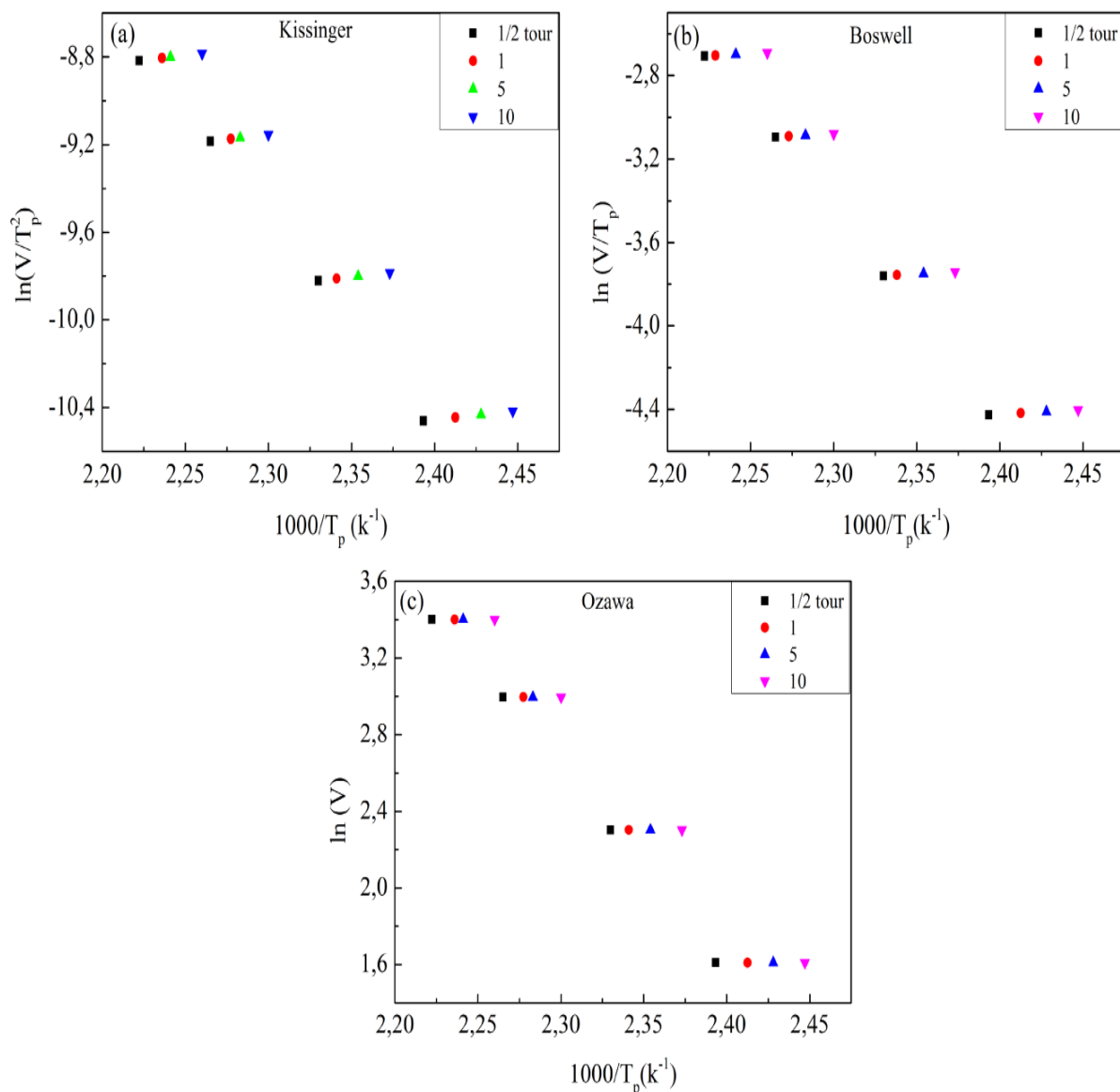


Figure III.B.6: Courbes de : a) Kissinger, b) Boswell et c) Ozawa ; pour le pic de recristallisation de l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids) hyper déformé par HPT jusqu'à 10 tours.

Tableau III.B.1: Valeurs de l'énergie d'activation (kJ/mole) de la recristallisation mesurées par trois méthodes en fonction de nombre de tours de HPT de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids).

Méthode	1/2 tour	1	5	10
Kissinger	84.9	82.1	81.8	80.2
Boswell	88.5	85.7	85.3	83.8
Ozawa	92.1	89.2	88.8	87.3

Chapitre III.B : Analyse par DSC de la recristallisation de l'alliage Mg-TR (TR= ND et Ce) après HPT

Tableau III.B.2: Valeurs de l'énergie d'activation, E (en kJ/mole) de la recristallisation par trois méthodes et en fonction de nombre de tours de HPT de l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids).

Méthode	½ tour	1	5	10
Kissinger	80.3	77.9	72.7	72.3
Boswell	83.8	78.3	76.1	75.8
Ozawa	87.5	85.0	79.8	79.4

Pour l'alliage Mg-Nd, on peut noter que les méthodes de Kissinger et Boswell ont abouti à des valeurs relativement proches et plus faibles que celles déduites de la méthode Ozawa. La même tendance a été rapportée par Benchabane *et al.* [Benchabane 2008] dans le cas de cuivre pur laminé à froid jusqu'à 70 % de réduction d'épaisseur.

Il est évident que l'énergie d'activation pour la recristallisation diminue significativement entre ½ et 1 tour et plus graduellement entre 1 et 10 tours pour l'alliage Mg-Nd alors que, dans celui de Mg-Ce elle prend des valeurs un peu stables entre 5 et 10 et elle diminue de façon significative de 1/2 à 5 tours. L'état stable observé dans les valeurs de l'énergie d'activation de la recristallisation à haut niveau de déformation pourrait être lié à la saturation de la microstructure par les défauts (ponctuels, linéaire et volumique) nécessaires pour la germination.

Dans les présents alliages, les valeurs de l'énergie d'activation des deux alliages sont très inférieures à celle d'autodiffusion du magnésium (135 KJ/mole) mais elles sont très proches de celle de l'autodiffusion dans les joints de grains (92 KJ/mole) du magnésium [Frost 1982]. Chao *et al.* [Chao 2011] ont rapporté des valeurs similaires à celles du présent travail aux alentours de 85.9 kJ/mole dans le cas de l'alliage AZ31 fortement extrudé à froid et recuit. En général, l'énergie d'activation de la recristallisation d'AZ31 est dans l'intervalle 69-88 kJ/mole [Zhao 2011]. Selon Rokhlin *et al.* [Rokhlin 1996] l'énergie d'activation de la recristallisation dans l'alliage Mg-0.42Nd (% en poids) est d'environ de 121 kJ/mole. Les faibles valeurs de l'énergie d'activation de la recristallisation dans le présent alliage sont plausibles car les procédés SPD sont capables d'introduire une grande densité des sites de germination (tels que les joints de grains à grand angle (HAGB) et hautes concentrations des lacunes (simple et/ou double) et/ou agglomérats de lacunes) comparativement aux procédés conventionnels [Setman 2008, Hazra 2009].

Chapitre III.B : Analyse par DSC de la recristallisation de l'alliage Mg-TR (TR= ND et Ce) après HPT

La diminution de l'énergie d'activation de la recristallisation est favorable avec l'augmentation de joints à grand angle (HAGBs) qui sont connus parmi les sites propices pour la germination [Setman 2010, Dumitru 2014A].

Afin de corroborer les valeurs de l'énergie d'activation calculées par les trois méthodes classiques (Kissinger, Boswell et Ozawa), une autre méthode a été utilisée, dans le présent travail, qui consiste à utiliser l'équation modifiée de Johnson-Mehl-Avrami [Ghosh 2011, Romero 2006], en y intégrant l'approche mathématique proposée par Ligerio *et al.* [Ligerio 1991]. Avec l'utilisation de l'expression (I.C.8) (voir chapitre I) proposée par Benchabane *et al.* [Benchabane 2008]. Les figures III.B.7.a et III.B.8.a présentent respectivement l'évolution de la fraction recristallisée, X en fonction de la température des alliages Mg-1.43Nd et Mg-1.44Ce (% en poids) hyper déformés par HPT jusqu'à $\frac{1}{2}$ tour avec différentes vitesses de chauffages (5, 10, 20 et 30 °C/min). D'autres courbes qui correspondent à 1, 5 et 10 montrent la même tendance. Il évident que les tracés de la fraction recristallisée pour les deux alliages montrent une forme sigmoïde avec un net décalage de température (début et fin) à des valeurs élevées avec l'augmentation de vitesse de chauffage. Une telle observation a été rapportée dans le cas du titane pur hyper déformé à chaud par la technique ECAP [Hajizadeh 2013].

Les figures III.B.7.b et III.B.8.b présentent la vitesse de recristallisation dX/dt en fonction du temps respectivement des alliages Mg-1.43Nd et Mg-1.44Ce (% en poids) hyper déformé jusqu'à $\frac{1}{2}$ tour par la technique HPT à différentes vitesses de chauffage (5, 10, 20 et 30 °C/min).

On peut souligner que la moindre vitesse de chauffage correspond à une faible vitesse de recristallisation alors que la plus grande vitesse de chauffage montre la plus grande vitesse. Le long temps nécessaire pour la recristallisation qui a été observé à 5 °C/min rend la vitesse de recristallisation plus lente et le petit temps de recristallisation à 30 °C/min. Cependant, il provoque une recristallisation plus rapide que les vitesses de chauffage plus faibles.

Les résultats représentés dans les figures III.B.7 et III.B.8, confirment que la recristallisation dans les deux présents alliages a été thermiquement activée et cinétiquement contrôlée.

Chapitre III.B : Analyse par DSC de la recristallisation de l'alliage Mg-TR (TR= ND et Ce) après HPT

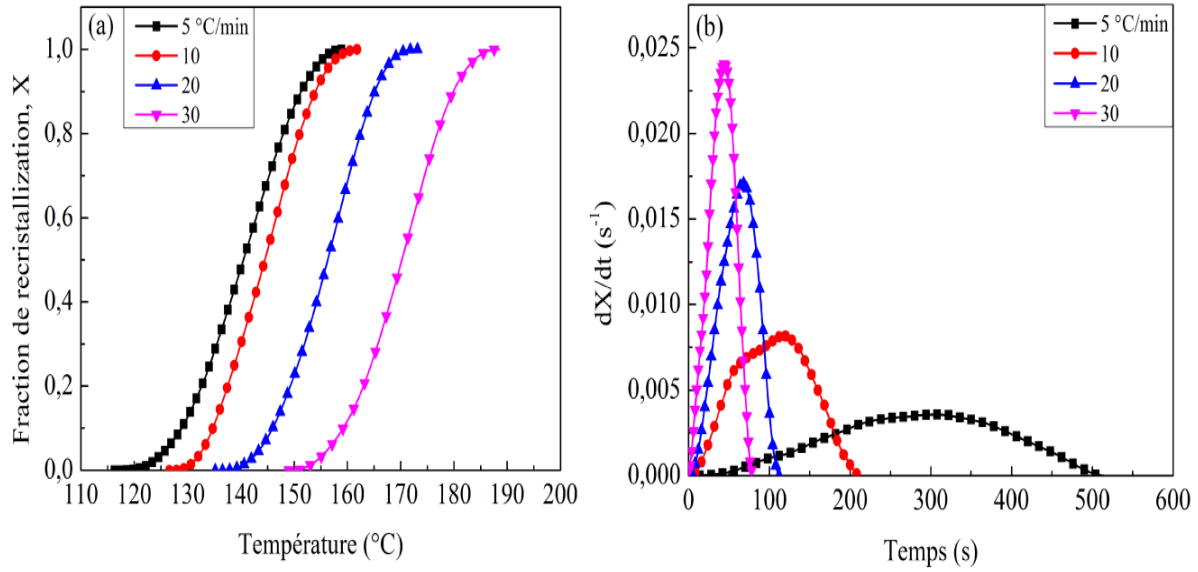


Figure III.B.7: Evolution de: a) fraction recristallisée, X en fonction de température, b) vitesse de recristallisation, dX/dt en fonction du temps; de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) hyper déformé par HPT jusqu'à $\frac{1}{2}$ tour pendant différentes vitesses de chauffage (5, 10, 20 et 30 °C/min).

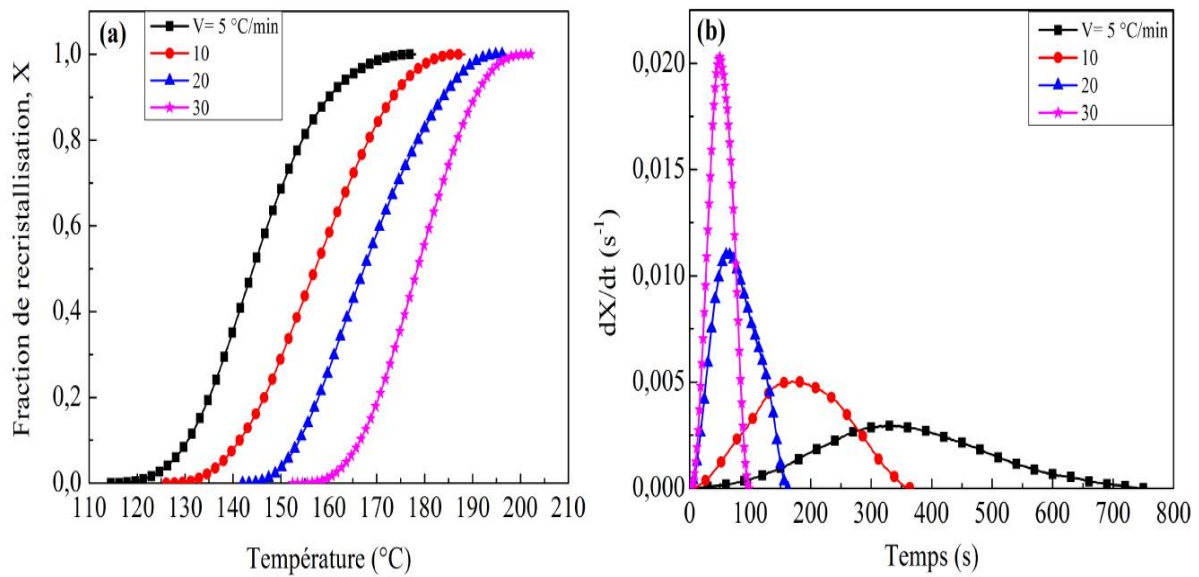


Figure III.B.8: Evolution de :a) fraction recristallisée, X en fonction de température, b) Vitesse de transformation, dX/dt en fonction du temps; de l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids) hyper déformé par HPT jusqu'à $\frac{1}{2}$ tour pendant différentes vitesses de chauffage (5, 10, 20 et 30 °C/min).

Chapitre III.B : Analyse par DSC de la recristallisation de l'alliage Mg-TR (TR= ND et Ce) après HPT

Les figures III.B.9.a et III.B.10.a présentent les courbes de $\ln(dX/dt)$ en fonction de $1/T$ pour la même valeur de fraction recristallisée, X à différentes vitesses de chauffage respectivement des alliages Mg-1.43Nd et Mg-1.44Ce (% en poids) hyper déformés par HPT jusqu'à $\frac{1}{2}$ tour. Il est clair que ces courbes montrent des lignes droites, suivant Ligerio *et al.* [Ligerio 1991], l'énergie d'activation est obtenue à partir des pentes. Les énergies d'activations déduites à $\frac{1}{2}$ tour sont respectivement 88.97 et 87.3 kJ/mole pour les alliages Mg-1.43Nd et Mg-1.44Ce (% en poids).

La même tendance a été observée pour les autres tours (1, 5 et 10 tours) pour les deux alliages et les énergies obtenues sont représentées dans les tableaux III.B.3 et III.B.4.

On peut noter que les énergies calculées pour tous les tours sont respectivement plus proches à celles obtenues par la méthode classique Boswell et Ozawa pour l'alliage Mg-1.43Nd et Mg-1.43Ce (% en poids).

Autrement, on peut observer que l'énergie d'activation de la recristallisation diminue avec l'augmentation de déformation imposée par HPT pour les deux alliages. Cette observation confirme celle retrouvée par les trois méthodes classique (Kissinger, Boswell et Ozawa).

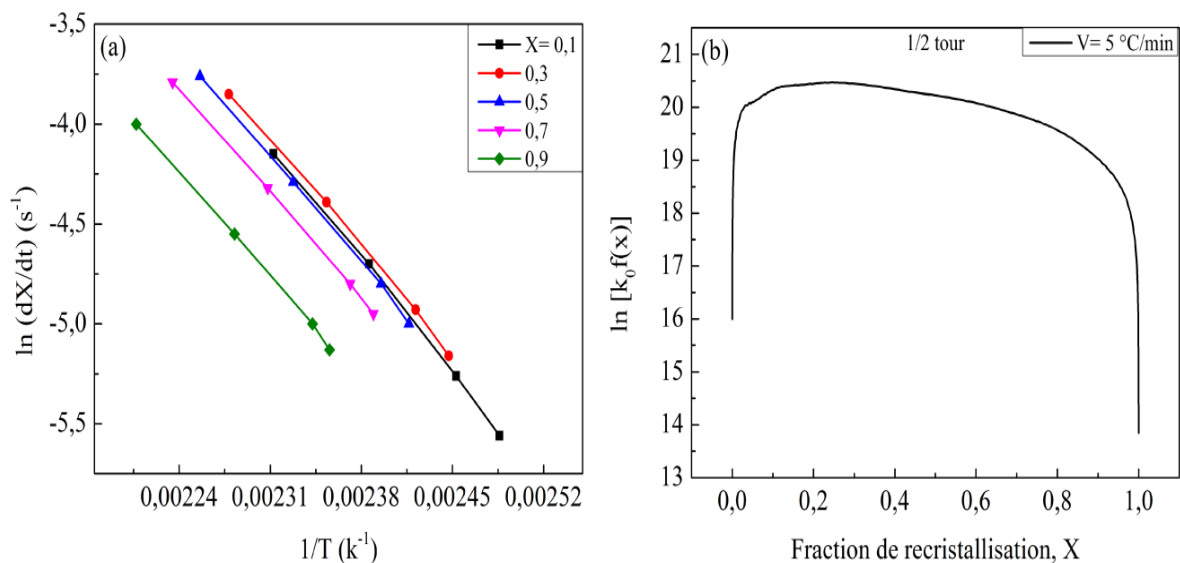


Figure III.B.9: Evolution de :a) $\ln(dX/dt)$ en fonction de $1/T$ pour les mêmes valeurs de fraction X à différentes vitesses de chauffage, b) $\ln[k_0f(X)]$ en fonction de fraction, X à une vitesse de chauffage 5 °C/min ; de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) après $\frac{1}{2}$ tour par HPT.

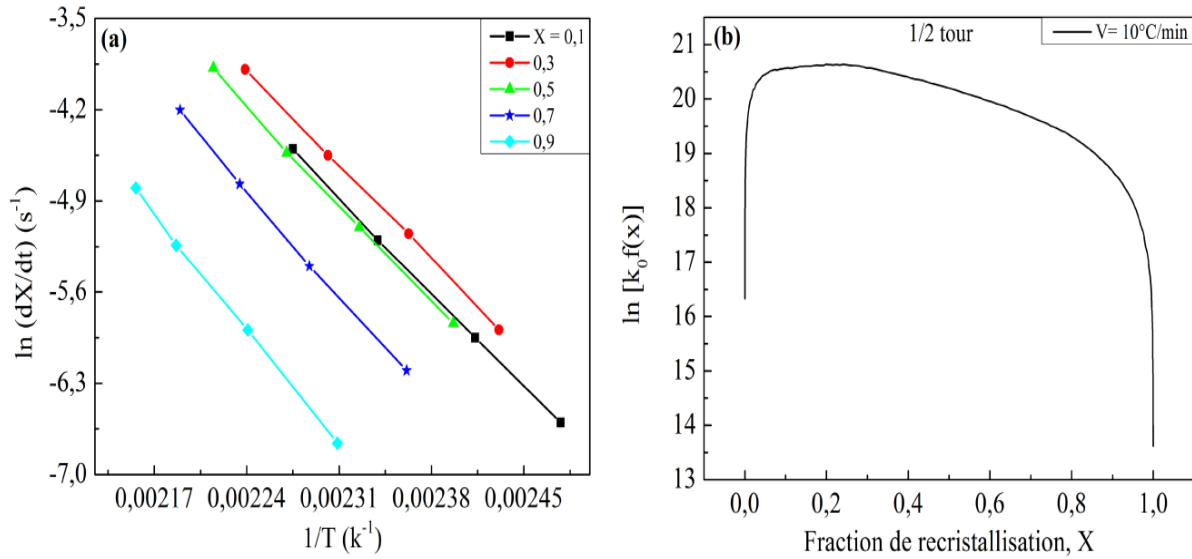


Figure III.B.10: Evolution de: a) $\ln(dX/dt)$ en fonction de $1/T$ pour les mêmes valeurs de fraction X à différentes vitesses de chauffage, b) $\ln[k_0f(X)]$ en fonction de fraction, X à une vitesse de chauffage 10 °C/min ; de l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids) après 1/2 tour par HPT [Bourezg 2017C].

Les figures III.B.9.b et III.B.10.b présentent l'évolution de $\ln[k_0f(X)]$ en fonction de la fraction recristallisée, X de l'alliage Mg-1.43Nd et Mg-1.44Ce (% en poids) après 1/2 tour par HPT à une vitesse de chauffage respectivement de 5 et 10 °C/min.

Après l'évaluation de l'énergie, E et la sélection des paires de fraction X_1 et X_2 en respectant la condition : $\ln[k_0f(X_1)] = \ln[k_0f(X_2)]$, le paramètre d'Avrami pourrait être facilement déterminé en utilisant la relation (I.C.9) [Ligero 1991]. Les valeurs de n calculées pour ces conditions-ci sont respectivement 1.37 et 1.30 pour l'alliage Mg-1.43Nd et Mg-1.44Ce (% en poids). De très proches valeurs ont été obtenues pour les autres vitesses de chauffage et le moyen de toutes les valeurs de n nous donne une valeur moyenne à ce nombre de tour utilisé. Les valeurs de n obtenues à différents tours de HPT pour les alliages Mg-1.43Nd et Mg-1.44Ce (% en poids) sont représentées respectivement dans les tableaux III.B.3 et III.B.4. Dans le présent travail, la valeur du paramètre Avrami, n est proche de 1.5 pour les deux alliages et suivant les valeurs tabulées par Matusita *et al.* [Matusita 1985], la recristallisation dans le présent travail s'opère par un mécanisme de germination dans le volume du matériau contrôlé par la diffusion avec un nombre constant de germes.

Chapitre III.B : Analyse par DSC de la recristallisation de l'alliage Mg-TR (TR= ND et Ce) après HPT

Tableau III.B.3: Valeurs de l'énergie d'activation de recristallisation, E et le paramètre d'Avrami, n de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) après hyper déformation par HPT jusqu'à 10 tours.

Nombre de tours (rot/min)	1/2	1	5	10
Energie d'activation, E (kJ/mole)	88.9	87.0	84.3	83.6
Paramètre d'Avrami, n	1.36	1.40	1.04	1.42

Tableau III.B.4: Valeurs de l'énergie d'activation de recristallisation, E et le paramètre d'Avrami, n de l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids) après hyper déformation par HPT jusqu'à 10 tours [Bourezg 2017C].

Nombre de tour (rot/min)	1/2	1	5	10
Energie d'activation, E	87.2	84.0	81.4	79.0
Paramètre d'Avrami, n	1.37	1.38	1.44	1.46

III.B.3 Analyse de la cinétique de recristallisation et évolution de l'énergie stockée des alliages Mg-Nd et Mg-Ce.

La cinétique de la recristallisation pourrait être évaluée par l'analyse calorimétrique en isotherme (DSC), en utilisant l'expression (I.C.8) proposée par Benchabane *et al.* [Benchabane 2008] (voir le chapitre I).

Les figures III.B.11 et III.B.12 présentent l'évolution de la fraction de recristallisation, X des alliages Mg-1.43Nd et Mg-1.44Ce (% en poids) après différents tours par la technique sévère HPT (1/2, 1, 5 et 10 tours) calculée à partir de DSC pour différentes vitesses de chauffage (5, 10, 20 et 30 °C/min).

Il est clair que toutes les courbes prennent une forme sigmoïdale et elles montrent un décalage évident à des températures plus basses qui ont eu lieu quand la déformation imposée par HPT augmente. De plus, il est remarquable que l'état d'avancement de recristallisation, X passe par trois stades, le premier très lent à basse température (quand $X < 0.2$) suivi par une progression très rapide à des températures intermédiaire jusqu'à un état stable qui correspond une valeur maximale, 1. Ce comportement s'accorde avec une

Chapitre III.B : Analyse par DSC de la recristallisation de l'alliage Mg-TR (TR= ND et Ce) après HPT

germination de nouveaux grains suivie par leur croissance jusqu'à une microstructure pleinement recristallisée.

Il apparait aussi que la fraction de recristallisation pour le même tour (A titre exemple $\frac{1}{2}$ tour) s'éloigne à haute température avec l'accroissement de la vitesse de chauffage. Une telle observation a été rapportée dans le cas de cuivre pur déformé à froid par laminage simple [Benchabane 2010].

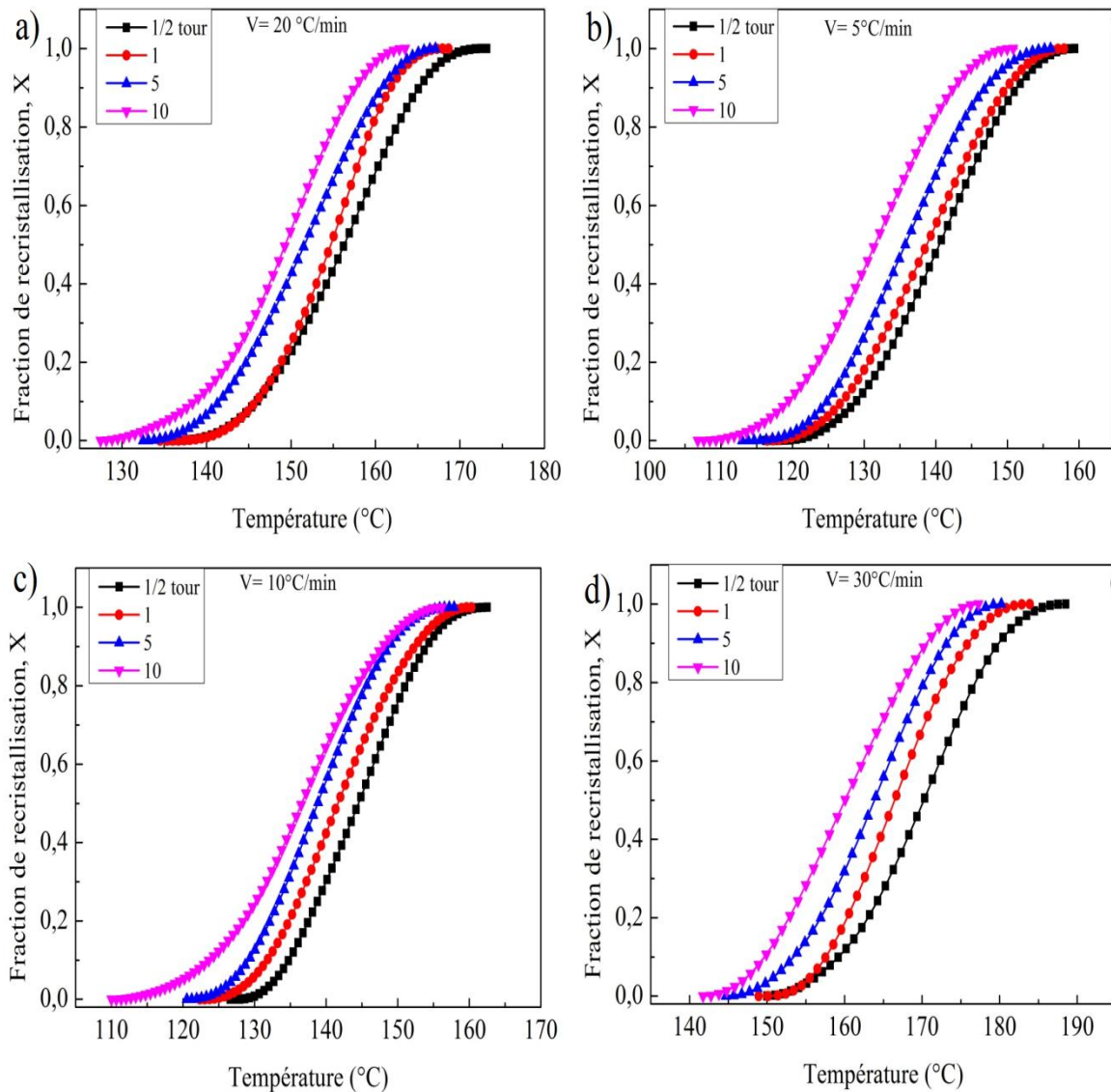


Figure III.B.6: Evolution de la fraction de recristallisation de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) après hyper déformation par HPT jusqu'à 10 tours à différentes vitesses de chauffage : a) 5, b) 10, c) 20 et d) 30 °C/min.

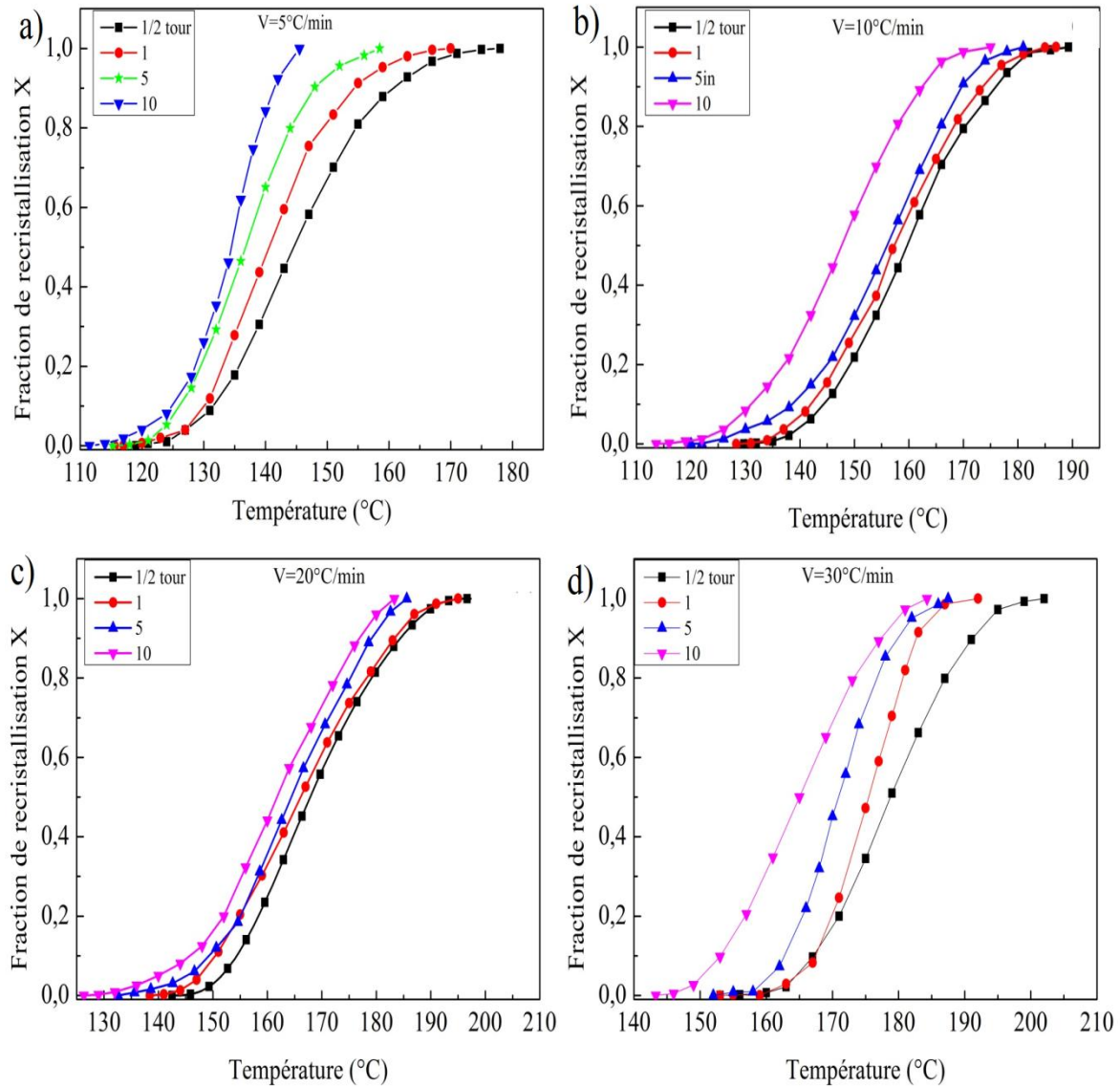


Figure III.B.12: Evolution de la fraction de recristallisation de l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids) après hyper déformation par HPT jusqu'à 10 tours pour différentes vitesses de chauffage : a) 5, b) 10, c) 20 et d) 30 °C/min.

La restauration dynamique et statique et/ou la recristallisation ont été observées lors et après les procédés SPD [Zehetbauer 2006]. En dehors de l'abaissement de la température de recristallisation et ainsi l'énergie d'activation, la figure III.B.6 montre un décalage évident de la fraction de recristallisation à des températures plus basses après la progression de déformation par HPT. Malheureusement, des travaux très rares ont été consacrés à l'examen de la cinétique et la croissance de grains lors de recristallisation statique, SRX (Static Recrystallization) dans les alliages de Mg en général et Mg-TR en particulier [Azzeddine 2012A, Abdessameud 2009]. Donc, il est difficile de faire une comparaison de nos résultats avec la littérature. Contrairement, le phénomène de

Chapitre III.B : Analyse par DSC de la recristallisation de l'alliage Mg-TR (TR= ND et Ce) après HPT

recristallisation dynamique (DRX) est un processus qui a été observé couramment lors de déformation à chaud dans le magnésium et ses alliages [Cottam 2008]. Dans les alliages de magnésium, la DRX a fait l'objet de plusieurs recherches [Galiyev 2001, Galiyev 2003, Yang 2004] qui visaient à comprendre les mécanismes fondamentaux de ce phénomène ainsi que sa cinétique.

Solas *et al.* [Solas 2001] ont étudié expérimentalement et théoriquement par la construction d'un modèle de simulation de la recristallisation statique du zinc déformé par compression plane. De plus, leurs travaux ont été effectués dans le but de supprimer le maclage durant la déformation. Leurs résultats expérimentaux obtenus étaient en bon accord avec la cinétique de recristallisation simulée [Solas 2001]. Leurs prédictions et les résultats expérimentaux sont compatibles avec un mécanisme dans lequel la germination contrôle la cinétique de recristallisation et se produit dans des domaines très déformés. Les auteurs ont aussi conclu que pendant la recristallisation statique, les grains moins déformés disparaissent ce que signifie que les grains déformés avaient germé et consommé les grains moins déformés [Solas 2001].

D'autres investigations ont été menées afin d'étudier les corrélations recristallisation/maclage dans les alliages à base de magnésium [Solas 2001, Basu 2015]. La macle de compression et double macles ont été identifiées comme des sites effectifs pour la germination [Sandlobes 2011, Sanjari 2014]. En général, trois aspects peuvent modifier le comportement de recristallisation et sa cinétique, qui sont : (1) préexistence de sites de germination, (2) l'énergie stockée par déformation et (3) la mobilité des joints de grains [Jung 2015]. En dehors des macles qui favorisent la germination, les bandes de cisaillements, joints de grains et jonctions triples jouent aussi un rôle considérable pour la recristallisation dans les alliages de magnésium [Sandlobes 2011, Abdessameud 2009]. Serre *et al.* [Serre 2011] ont assumé que le développement de bandes de cisaillements dans les matériaux est une caractéristique très importante pour les alliages à base de Mg hyper déformés par la technique HPT.

L'énergie stockée libérée pendant la recristallisation lors des expériences de DSC est l'aire au-dessous du pic de la recristallisation [Humphreys 2004]. Les tableaux III.B.5 et III.B.6 présentent respectivement les valeurs de l'énergie stockée, E_s des alliages Mg-1.43Nd et Mg-1.44Ce (% en poids) en fonction de nombre de tours de HPT obtenues à partir des courbes DSC à une vitesse de chauffage respectivement 5 et 20 °C/min. Nous notons que l'énergie stockée dans l'alliage Mg-Nd augmente de ½ à 1 tours (1.64 et 1.95 J/g respectivement) et après elle diminue de 1 à 10 tours jusqu'à une valeur de 1.33 J/g.

Chapitre III.B : Analyse par DSC de la recristallisation de l'alliage Mg-TR (TR= ND et Ce) après HPT

Alors que dans l'alliage Mg-Ce, nous observons une diminution continue dans les valeurs de l'énergie stockée de 5.50 à 1.09 J/g. Zhang *et al.* [Zhang 2008] et Dumitru *et al.* [Dumitri 2014B] ont étudié deux matériaux, le cuivre de haute pureté et l'alliage ZK60 étaient hyper déformés jusqu'à 8 et 4 passes d'ECAP. Les auteurs ont observé la même tendance que celle de l'alliage Mg-Nd de la présente étude. La grande valeur de l'énergie stockée dans notre alliage Mg-Ce à 1/2 tour pourrait s'interpréter par le grand stockage (accumulation) de dislocations autour des précipités $Mg_{12}Ce$ et $Mg_{17}Ce_2$ existants dans la microstructure avant la recristallisation et lors de déformation.

Tableau III.B.5: Valeurs de l'énergie stockée, E_s de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) en fonction de nombre de tours de HPT obtenues à partir des courbes DSC à une vitesse de chauffage 5 °C/min.

Nombre de tours (rot/min)	Energie stockée, E_s (J/g)
1/2	1.64
1	1.95
5	1.73
10	1.33

Tableau III.B.6: Valeurs de l'énergie stockée, E_s de l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids) en fonction de nombre de tours de HPT obtenues à partir des courbes DSC à une vitesse de chauffage 20 °C/min.

Nombre de tours (rot/min)	Energie stockée (J/g)
1/2	5.50
1	2.45
5	2.08
10	1.09

La diminution de l'énergie stockée peut être corrélée avec le décalage de température de recristallisation à des valeurs plus basses avec le développement de déformation par HPT. L'énergie stockée introduite par SPD est connue pour augmenter la force motrice de germination de nouveaux grains libres de contraintes (new Strain-free

Chapitre III.B : Analyse par DSC de la recristallisation de l'alliage Mg-TR (TR= ND et Ce) après HPT

grains) donc, la germination a été achevée à basse température et pour cette raison la température et l'énergie stockée baissent [**Doherty 1997**]. Par conséquence, le mécanisme de formation de nouveaux grains à travers la recristallisation fait diminuer l'énergie stockée globale du matériau et celle-ci est la clé pour comprendre le comportement inhabituel de l'évolution de l'énergie stockée en fonction de la déformation imposée par HPT dans notre alliage.

Quelques chercheurs ont constaté que la proportion de joints de grains à grand angle (HAGB) augmente quand la recristallisation a eu lieu, car celle-ci est définie comme la formation et la migration des HAGBs provoquées par l'énergie stockée [**Dumitru 2014A, Doherty 1997**], donc la diminution de l'énergie d'activation avec l'augmentation de la déformation imposée dans le présent alliage est en relation avec l'augmentation de joints de grains à grande angle.

PARTIE C:

**Séquence et cinétique de
précipitation de l'alliage Mg-TR
(TR= Nd et Ce) lors de traitement
de revenu *in situ***

Introduction

Les techniques de déformation plastique sévère telles que la torsion à haute pression, HPT et le colaminage accumulatif, ARB n'ont pas seulement le potentiel de produire des microstructures avec des grains ultra fins (UFG) [Tirsatine 2014, H-Larbi 2015], mais aussi sont capables d'affecter significativement la taille et la distribution des précipités dans la matrice [Gubicza 2007]. Elles ont une influence remarquable sur la séquence et la cinétique des précipités dans les alliages en général [Azzeddine 2014]. Cela a été associé à la quantité de dislocations introduites dans la matrice par la déformation plastique sévère, qui fournit des sites de germination supplémentaire pour les précipités. La morphologie et la composition chimique des phases métastables dans les alliages Mg-TR lors du vieillissement ont fait l'objet de plusieurs travaux scientifiques [Saito 2011]. Néanmoins, peu de travaux ont été consacrés à quantifier la cinétique de pré-précipitation et précipitation dans les alliages à base de Mg-Nd et Mg-Ce après une déformation conventionnelle ou sévère. Donc, le but de cette partie est d'étudier la séquence et la cinétique de précipitation dans deux alliages Mg-1.43Nd et Mg-1.44Ce (% en poids) hyper déformés par HPT en utilisant la diffraction des rayons X à haute énergie (Synchrotron) *in situ* et la technique d'analyse DSC.

III.C.1 Séquence de précipitation de l'alliage Mg-Nd avant et après HPT lors de traitement de revenu

La figure III.C.1 présente les images 2D (fig.III.C.1.a) et les diffractogrammes des rayons X intégrés (fig.III.C.1.b) de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) non déformé lors de traitement de revenu *in situ* à 250°C pendant 5 h [Bourezg 2017D]. Il est évident que tous les pics et leur évolution existant dans les diffractogrammes sont visibles dans les images 2D associées. L'état de l'alliage avant recuit montre la présence des trois pics de la matrice, Mg en présence d'un autre pic de faible intensité ($2\theta = 24.5^\circ$) qui appartient à la phase β -Mg₁₂Nd. Quand le temps de traitement de revenu atteint 6 min, les diffractogrammes *in situ* ont montré un nouveau pic à $2\theta = 21.45^\circ$ qui est indexé comme étant celui de la phase β_1 -Mg₃Nd. Il est évident que la quantité de la phase β -Mg₁₂Nd augmente avec la progression du temps de revenu par le développement de deux autres pics à $2\theta = 21.67$ et 29.32° au-dessus de 160 min. Tous les pics des deux phases précipitées subsistent même après 5h de revenu [Bourezg 2017D].

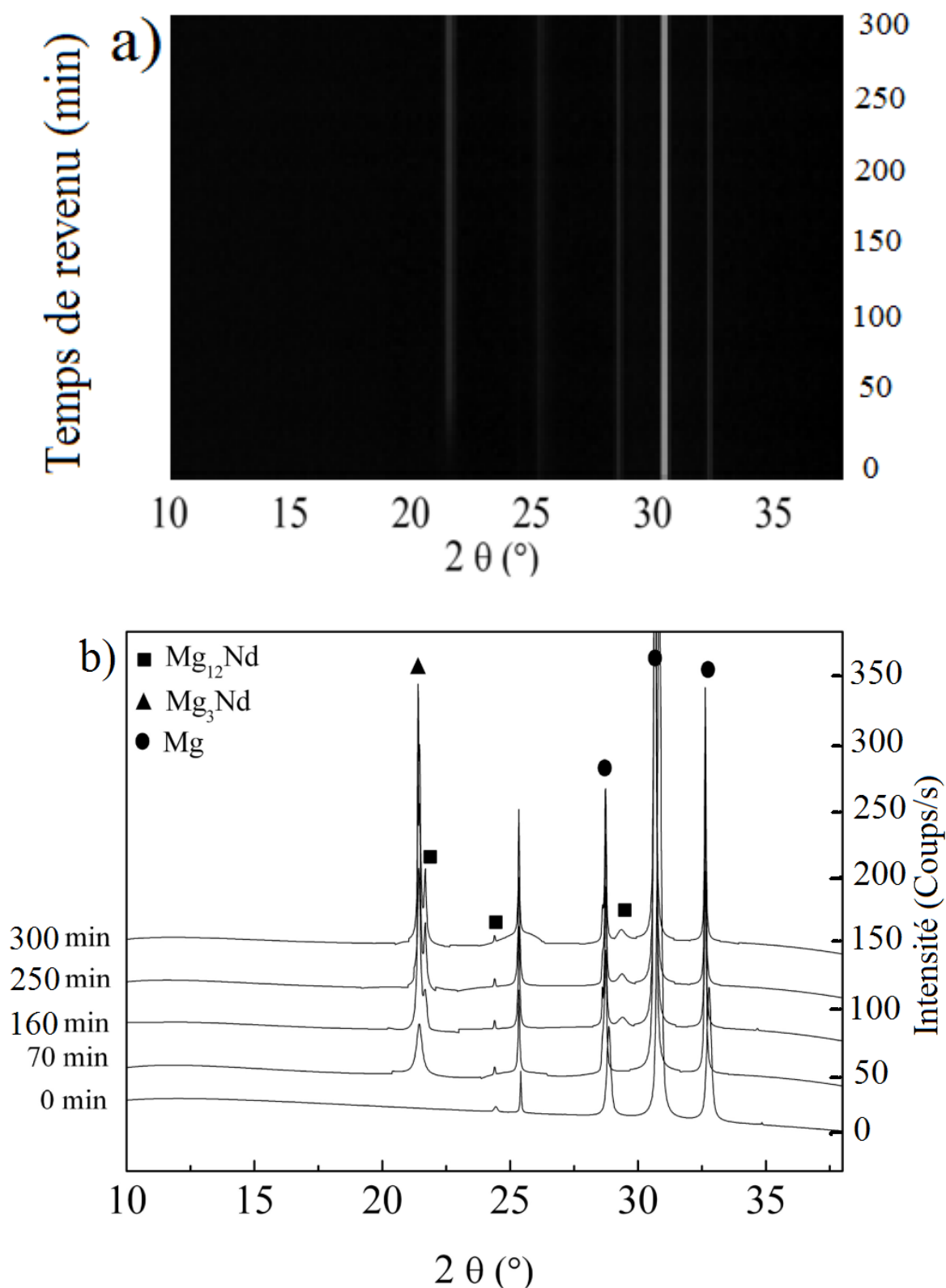


Figure III.C.1: a) Images 2D b) Diffractogrammes des rayons X intégrés; de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) non déformé lors de revenu *in situ* à 250 °C pendant 5 h.

Chapitre III.C: Séquence et cinétique de précipitation de l'alliage Mg-RE (Nd et Ce) lors de traitement de revenu *in situ*

Les figures III.C.2 et III.C.3 montrent les images 2D et les diffractogrammes des rayons X intégrés de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) après 1 et 10 tours de déformation respectivement, lors de traitement de revenu *in situ* à 250°C pendant 5 h [Bourezg 2017D]. Il est remarquable que tous les pics et leur développement indexés dans les diffractogrammes soient bien aperçus dans les images 2D associées. On peut observer que les phases β_1 -Mg₃Nd et β -Mg₁₂Nd se développent plus rapidement après le procédé HPT par rapport à l'état non déformé et leurs quantités (qui sont directement proportionnelles à l'intensité) augmentent avec l'augmentation de la déformation introduite par HPT. Après 1 tour de HPT, les pics du précipité β_1 -Mg₃Nd apparus après 5 min de revenu et leur intensité augmente jusqu'au temps 98 min, ensuite elles diminuent et subsistent jusqu'à la fin de traitement (5h). Les mêmes pics, se sont développés plus tôt (3 min) pour l'alliage déformé à 10 tours par HPT et leur intensité diminue à partir de 67 min. La dissolution complète de la phase β_1 -Mg₃Nd a été observée après 5 h de revenu. Concernant la phase β -Mg₁₂Nd, les figures III.C.2 et III.C.3 montrent que les pics associés sont apparus après 56 et 50 min de revenu pour l'alliage hyper déformé jusqu'à 1 et 10 tours de HPT respectivement. Leurs intensités montrent une augmentation continue avec la progression du temps de revenu [Bourezg 2017D].

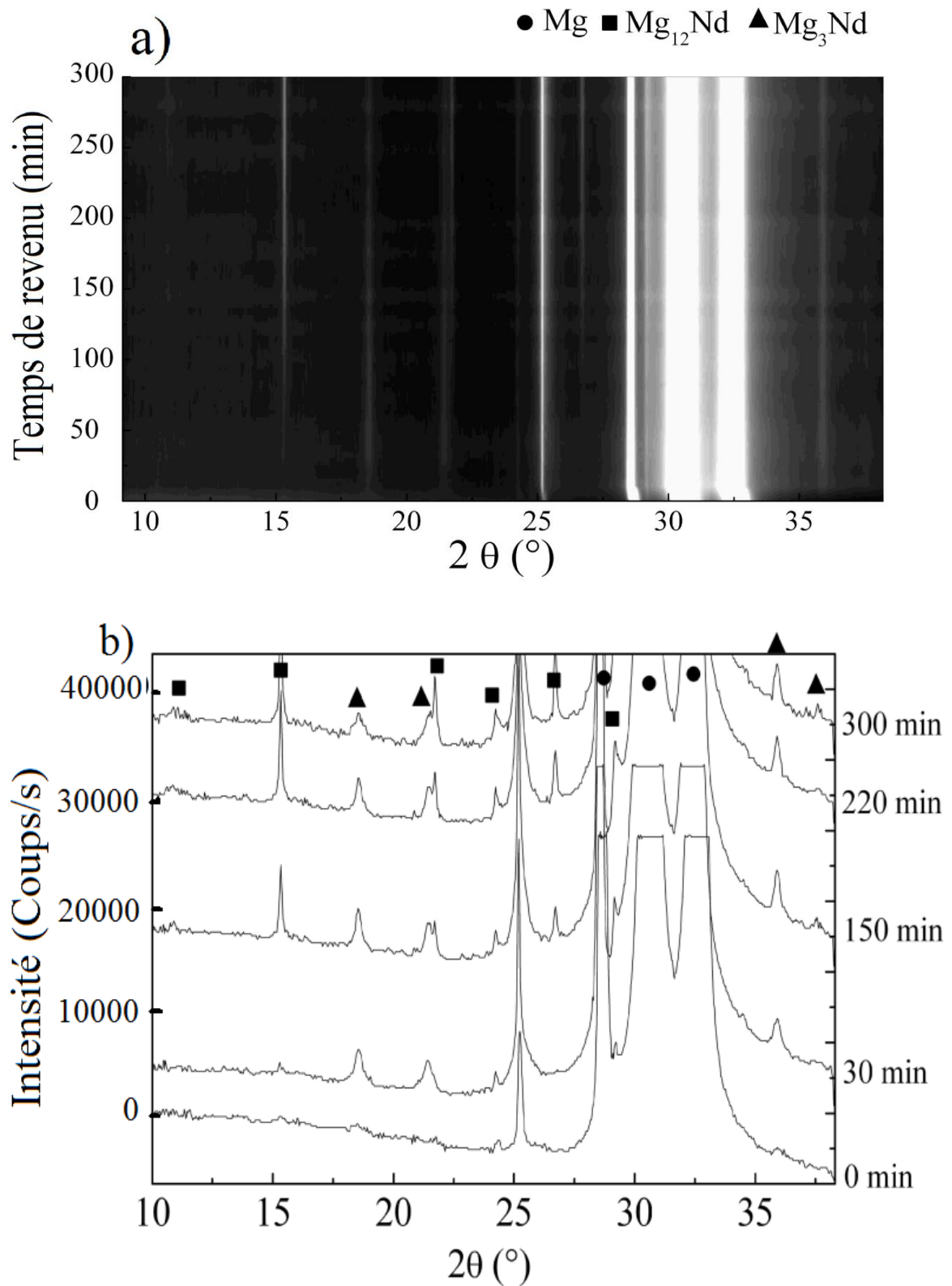


Figure III.C.2: a) Images 2D et b) Diffractogrammes intégrés; de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) après 1 tour de HPT obtenus lors de traitement de revenu *in situ* à 250 °C pendant 5h.

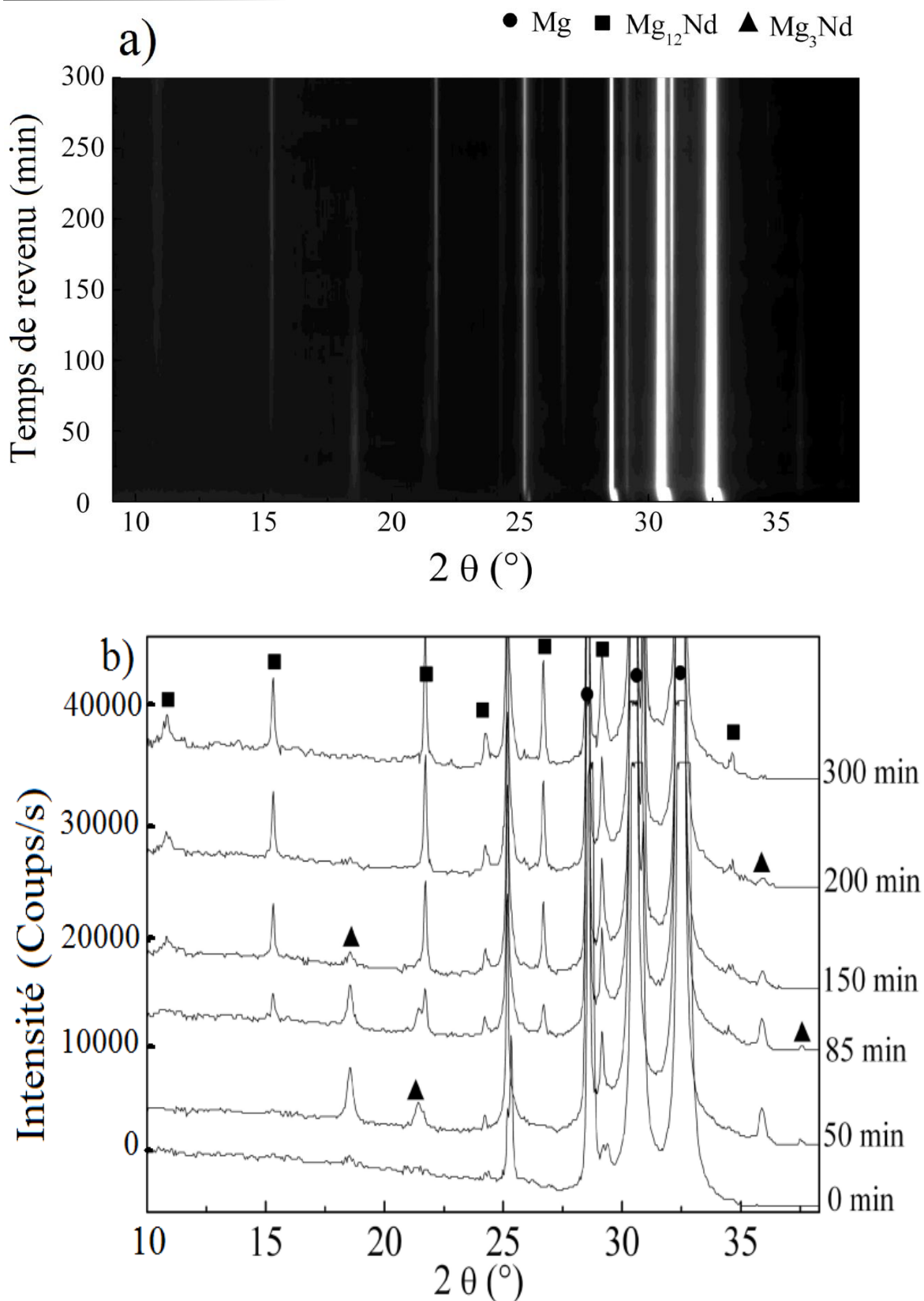


Figure III.C.3: a) Images 2D et b) Diffractogrammes intégrés; de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) après 10 tours de HPT obtenus lors de traitement de revenu *in situ* à 250 °C pendant 5h.

Chapitre III.C: Séquence et cinétique de précipitation de l'alliage Mg-RE (Nd et Ce) lors de traitement de revenu *in situ*

Les diffractogrammes des rayons X à haute énergie (Synchrotron) de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) non déformé, déformé et revenu à 250 °C pendant 5 h (fig.III.C1–3) ne détectent pas les pics des deux phases β'' -Mg₃Nd et β' -Mg₇Nd durant la période de traitement de revenu, tandis que pendant cet intervalle de température, l'analyse isochrone par DSC (voir fig.III.B.1 et III.B.2) révèle une séquence de précipitation conforme à celle proposée récemment par Natarajan *et al.* [Natarajan 2016]. Cela, peut être dû à leur faible fraction volumique (inférieure à 1%) ou elles ne sont pas même apparues à cette température de revenu.

Par le passé, plusieurs travaux ont été effectués dans le but de déterminer l'évolution de la précipitation dans les alliages Mg-Nd lors de traitement thermique de revenu isotherme où la température variait de 170 jusqu'à 190 °C [Saito 2011, Natarajan 2016, Solomon 2016, Choudhuri 2014]. Saito et Nobel [Saito 2011] ont rapporté que pour un revenu à une température égale 170 °C pendant 100 h, la microstructure de l'alliage Mg-0.5Nd (% en atome) contient la phase β' -Mg₇Nd qui coexiste avec les zones GP. Les mêmes auteurs ont rapporté que le revenu à une température supérieure à 200 °C du même alliage cause une dissolution très rapide des zones GP et la phase β' -Mg₇Nd, tandis des précipités relativement gros de la phase β_1 -Mg₃Nd ont été formés [Saito 2011]. Par conséquent, la détection des phases β' et β_1 pourrait avoir lieu seulement en dessous de 200°C.

Il est intéressant aussi de noter que la phase d'équilibre β_e -Mg₄₁Nd₅ n'a pas été détectée par la diffraction des rayons x in-situ lors de revenu à 250 °C jusqu'à 5 h. Easton *et al.* [Easton 2012], ont rapporté que la phase β_e -Mg₄₁Nd₅ n'est détectable qu'après un traitement thermique au-dessus de 500 °C. La même chose pour les diffractogrammes DRX publiés pour l'alliage Mg-0.5Nd (% en atome, ~2.35 % en poids) mise en solution à 530 °C pendant 12 h qui n'ont montré aucun pic de la phase β_e -Mg₄₁Nd₅ [Su 2016], ce qui signifie sa dissolution à haute température. Cependant, Rokhlin. [Rokhlin 2003] a mentionné que la température associée à la limite de la solubilité pour l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) est autour de 480 °C. Cela indique que la précipitation de la phase β_e -Mg₄₁Nd₅ est possible à des températures plus moins proches à 500 °C, comme on l'a prouvé par la technique isochronique DSC. Donc, il est impossible de détecter cette phase à des températures peu inférieures à 500 °C.

Quelques travaux ont considéré que la phase β -Mg₁₂Nd est effectivement la dernière phase (phase d'équilibre) au lieu de la phase β_e -Mg₄₁Nd₅ au cours de séquence de précipitation dans les alliages Mg-Nd [Pike 1973, Choudhuri 2014 et Wei 1996], alors

Chapitre III.C: Séquence et cinétique de précipitation de l'alliage Mg-RE (Nd et Ce) lors de traitement de revenu *in situ*

que, Can *et al.* [Can 2011] ont rapporté un résultat contradictoire d'après leurs prédictions théoriques sur la stabilité des phases dans les alliages Mg-Nd. Les valeurs des énergies prévues des composants intermétalliques révélées que la phase β -Mg₁₂Nd est plus instable [Can 2011]. D'après les figures III.C.2-3, le présent alliage montre que la phase β_1 -Mg₃Nd est instable alors que la phase β -Mg₁₂Nd est plus stable durant un traitement de revenu isotherme à 250 °C. Néanmoins, les résultats des tests isochrones par DSC montrent que la précipité β_e -Mg₄₁Nd₅ est la dernière phase dans l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) hyper déformé par HPT jusqu'à 10 tours [Bourezg 2017D].

Sha *et al.* [Sha 2009] ont mentionné que les procédés SPD des alliages mis en solution solide pourraient produire une précipitation très rapide. En effet, il est connu que l'application de la déformation sévère produit un affinement considérable des grains, une grande densité des dislocations et des lacunes, qui pourraient améliorer la mobilité atomique et agir comme des sites de germination pour la précipitation. Choudhuri *et al.* [Choudhuri 2014] ont cité que la présence de grande quantité de dislocations accélère significativement la cinétique de formation des précipités [Choudhuri 2014]. En outre, un abaissement dans la température de précipitation après ECAP a été mentionné dans le système Cr-Zr [Vinogradov 2004]. Dans ce cas, la précipitation de la phase Cu₃Zr a été observée à 370 °C au lieu de 520 °C dans l'alliage non déformé [Vinogradov 2004]. Néanmoins, dans le travail présent, le procédé HPT jusqu'à 10 tours n'a pas causé une telle diminution de température de précipitation pour la phase d'équilibre β_e -Mg₄₁Nd₅ durant un traitement de revenu *in situ* à 250 °C jusqu'à 5 h.

I.C.2 Evaluation de l'énergie d'activation pour les phases β''' , β_1 -Mg₃Nd et β -Mg₁₂Nd après HPT

Afin d'évaluer les phases existantes dans les thermogrammes DSC de l'alliage Mg-1.44 Nd (% en poids), la figure III.C.4 présente les courbes de Boswell, pour calculer l'énergie d'activation associée à la précipitation des phases β''' , β_1 -Mg₃Nd et β -Mg₁₂Nd, dans l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) hyper déformé par HPT jusqu'à 1 et 10 tours [Bourezg 2017D].

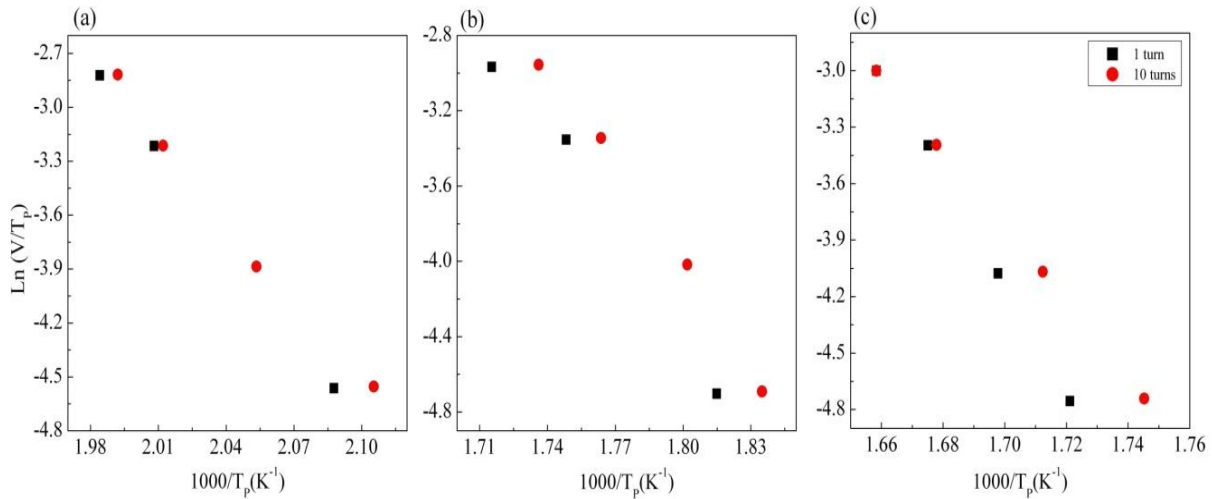


Figure III.C.4: Courbes de Boswell de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) hyper déformé par HPT jusqu'à 1 et 10 tours pour les phases : a) β''' phase, b) β_1 -Mg₃Nd et c) β -Mg₁₂Nd.

Les valeurs de l'énergie d'activation obtenues pour les trois phases précipitées (β''' , β_1 -Mg₃Nd et β -Mg₁₂Nd) sont représentées dans le tableau III.C.1. Toutes les valeurs de l'énergie d'activation pour les différentes phases précipitées montrent une diminution avec l'augmentation de déformation imposée par HPT. Ceci, signifie que le procédé HPT facilite la précipitation des différentes phases à cause des défauts qui améliorent leurs germination et cinétique [Choudhuri 2014]. Les valeurs de l'énergie pour les deux phases, β''' et β_1 -Mg₃Nd sont comparables à l'énergie d'autodiffusion dans le réseau de magnésium (135 kJ/mole) [Frost 1982], tandis que la phase β -Mg₁₂Nd a donné une grande valeur d'énergie, spécialement après 1 tour de déformation qui pourrait être dû à la faible diffusion d'atomes Nd à ces conditions-là [Bourezg 2017D]. Pike et Noble [Pike 1973] ont rapporté des valeurs comparables à celles de β''' et β_1 dans le cas de l'alliage Mg-0.5Nd (% en atome) revenu à température rangée de 300 à 320 °C. Ils ont rapporté également une valeur très faible pour la phase β . L'énergie d'activation de la phase β obtenue dans l'alliage WE43 (Mg-4Y-3Nd, % en poids) est 177 kJ/mole [Riontino 2006]. Selon Pike *et al.* [Pike 1973] la formation de différentes phases précipitées a été effectuée par diffusion des atomes de solutés dans la matrice Mg [Pike 1973]. A la suite de ces remarques, le procédé HPT n'a pas changé considérablement l'énergie d'activation des deux précipités β''' et β_1 alors que ce procédé a pu changer considérablement celle de la phase β de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids), plus précisément après 1 tour. Par conséquence, pour le présent alliage hyper déformé par HPT et revenu à 250 °C pendant 5h, les énergies d'activations de trois phases β''' , β et β_1 indiquent que la diffusion contrôle le processus de la précipitation influencée par les défauts introduits par HPT.

Chapitre III.C: Séquence et cinétique de précipitation de l'alliage Mg-RE (Nd et Ce) lors de traitement de revenu *in situ*

Tableau III.C.1: Valeurs de l'énergie d'activation en kJ/mole des différentes phases précipitées. Les données de l'alliage Mg-0.5Nd (% en atomes) sont représentées à titre de comparaison.

Système	Conditions	β''' phase	β_1 -Mg ₃ Nd	β -Mg ₁₂ Nd	Références
Mg-1.43Nd (% en pds)	1 tour	140	148	235	[Bourezg 2017D]
	10 tours	126	147	166	
Mg-0.5Nd (% en at)	-	153	146	145	[Pike 1973]

III.C.3 Cinétique de précipitation de la phase β -Mg₁₂Nd lors de traitement de revenu

Dans le but d'identifier le mécanisme qui correspond à la précipitation de la phase β -Mg₁₂Nd, nous avons utilisé l'équation proposée par Johnson-Mehl-Avrami (voir l'équation I.C.14) qui décrit l'évolution de fraction de transformation d'une phase avec le temps de maintien lors de traitement thermique isotherme (voir chapitre I partie C). La figure III.C.5 présente l'évolution de $\ln[\ln((1-X)^{-1})]$ en fonction de $\ln(t)$ de la phase β -Mg₁₂Nd durant traitement de revenu *in situ* à 250 °C pendant 5 h; de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) hyper déformé par HPT jusqu'à 1 et 10 tours **[Bourezg 2017D]**. La valeur de l'exposant d'Avrami a été calculée à partir de la pente des données expérimentales **[Avrami 1941]**. L'exposant n calculé prend la valeur 0.96 et 1.10 pour notre alliage hyper déformé jusqu'à 1 et 10 tours respectivement. Un résultat similaire de la valeur de l'exposant d'Avrami (1.00 ± 0.04) a été rapporté par Pike et Nobel **[Pike 1973]** pour l'alliage Mg-0.5Nd (% en atome) revenu à température rangée de 300 à 320 °C. Les auteurs ont expliqué cette valeur par une croissance des particules en 2 dimensions. Suivant les valeurs théoriques mentionnées par **[Christian 1965]**, et le résultat rapporté par Pike et Nobel **[Pike 1973]**, la réaction de précipitation de la phase β -Mg₁₂Nd dans le présent alliage correspond à un mécanisme de germination aux joints de grains après saturation des sites avec croissance des particules en 2 dimensions. En conséquence, la déformation par HPT ne change pas considérablement le mécanisme de germination tel que la cinétique de la phase β -Mg₁₂Nd durant traitement de revenu à 250 °C pendant 5h **[Bourezg 2017D]**.

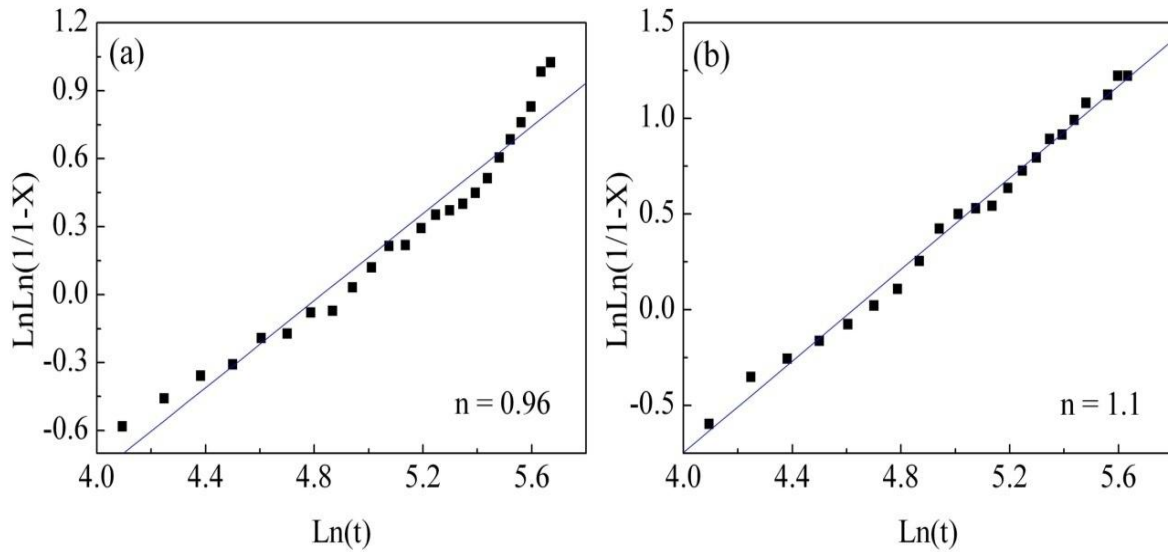


Figure III.C.5: Evolution de $\ln[\ln((1-X)^{-1})]$ en fonction de $\ln(t)$ pour la phase β -Mg₁₂Nd durant traitement de revenu *in situ* à 250 °C pendant 5 h; de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) hyper déformé par HPT jusqu'à : a) 1 et b) 10 tours.

III.C.4 Séquence de précipitation de l'alliage Mg-Ce hyper déformé par HPT et revenu

Les figures III.C.6 et III.C.7 montrent les diffractogrammes et les images 2D associées après 1 et 10 tours de déformation par HPT respectivement ; de l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids) revenu à 250 °C pendant 5 h. Il est évident quand la température atteint 250 °C (0min), il y a deux précipités existants (β_1 -Mg₁₇Ce₂ et β -Mg₁₂Ce) avec des pics de la matrice Mg dans les deux conditions 1 et 10 tours de HPT de l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids). De plus, on peut observer d'une part, que l'intensité de tous les pics des deux phases β_1 et β diminue avec l'augmentation du temps de revenu ce que signifie la diminution de leurs quantités et d'une autre part, presque une disparition totale des deux pics de la phase β_1 -Mg₁₇Ce₂ autour de 35° avec la progression de temps de revenu.

La séquence de précipitation dans l'alliage Mg-0.5Ce (% en at) a bien été étudiée lors de revenu thermiques par Saito et Kaneki [Saito 2013], aux températures 180-250 °C. Les résultats de TEM et HRTEM (High Resolution TEM) ont montré la séquence suivante: Solution solide super-saturée de Mg \rightarrow zones GP \rightarrow β_1 -Mg₃Ce \rightarrow β -Mg₁₂Ce. Les zones GP sont largement développées à 180 °C (après 70 h), et elles disparaissent totalement après 2 h de revenu à 250 °C, avec une apparition de deux phases β_1 -Mg₃Ce et β -Mg₁₂Ce. Après un revenu prolongé à 250 °C (plus de 10 h), la disparition de la phase β_1 -Mg₃Ce a été observée, tandis que la phase β -Mg₁₂Ce devient dominante [Saito 2013]. Sur la base de

Chapitre III.C: Séquence et cinétique de précipitation de l'alliage Mg-RE (Nd et Ce) lors de traitement de revenu *in situ*

ces résultats, on peut constater que le procédé HPT du présent alliage a pu changer la structure atomique de la phase intermédiaire (métastable). La dissolution totale de la phase intermédiaire β_1 -Mg₁₇Ce₂ peut nécessiter plus de 6 h de revenu.

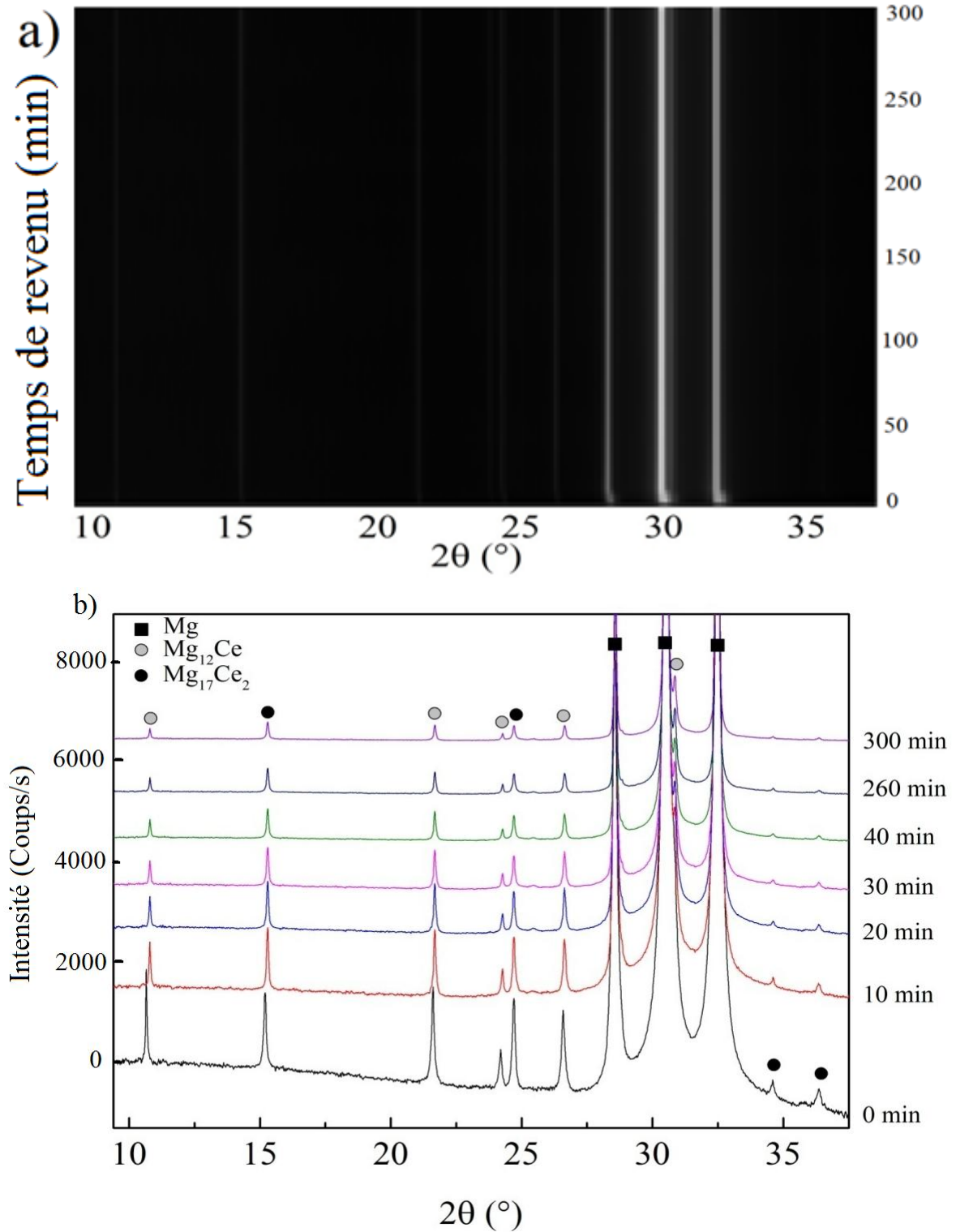


Figure III.C.6: a) Images 2D, b) Diffractogrammes intégrés de l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids) après 1 tour de HPT ; obtenus après un traitement de revenu *in situ* à 250 °C pendant 5h.

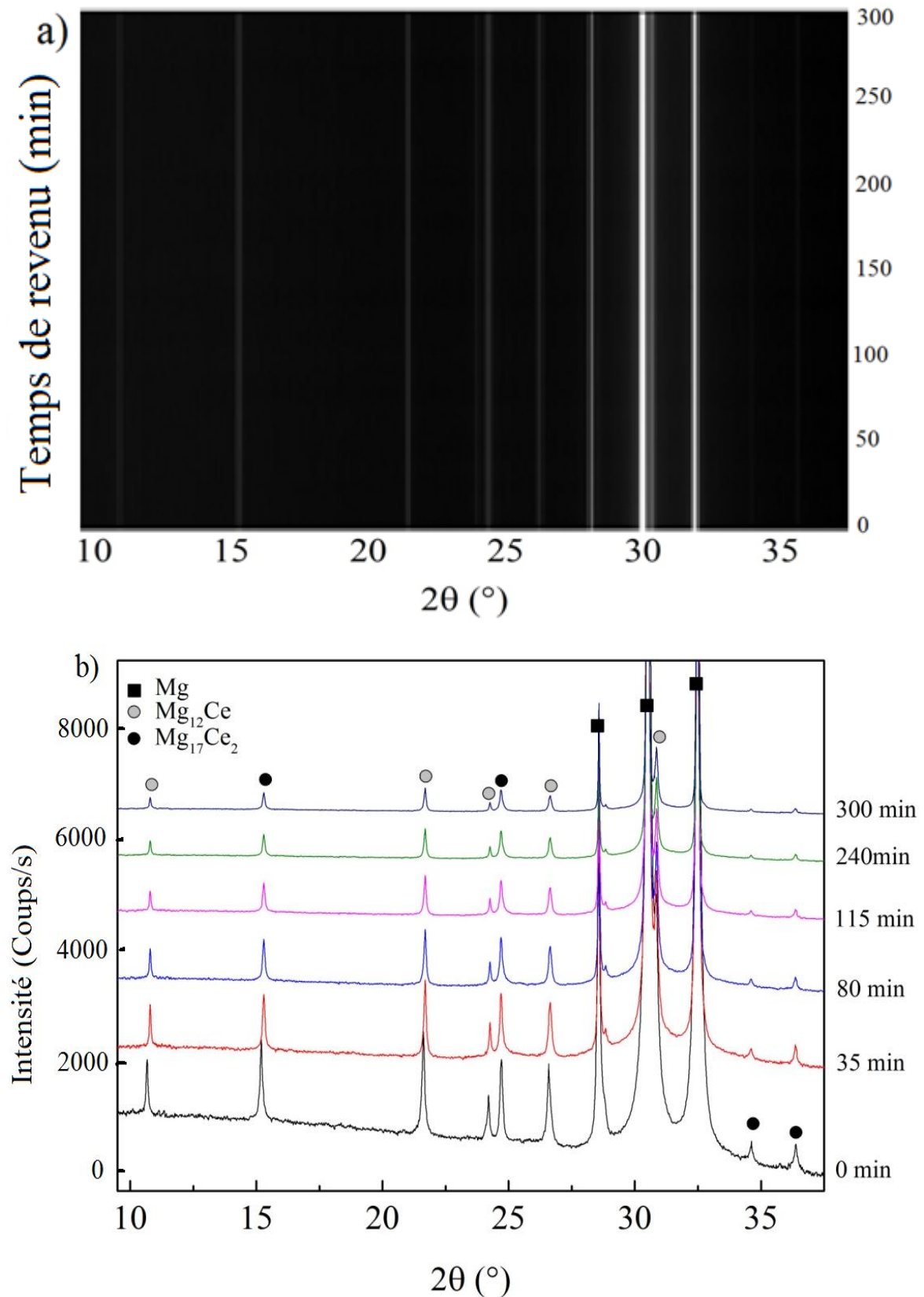


Figure III.C.7: a) Images 2D, b) Diffractogrammes intégrés de l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids) après 10 tour de HPT ; obtenus après un traitement de revenu *in situ* à 250 °C pendant 5h.

PARTIED :

**Analyse par EXAFS de la structure
fine autour de l'atome Nd de
l'alliage Mg-Nd avant/après HPT et
revenu**

Introduction

La précipitation dans les alliages métalliques après la déformation et lors de traitement de revenu a fait l'objet de plusieurs travaux. Les résultats ont indiqué que la déformation plastique exerce une influence majeure sur la séquence et nature de précipités, en conséquence il y a une probabilité d'un changement local de la structure atomique autour d'un atome bien déterminé. Takahashi *et al.* [Takahashi 2007, Takahashi 2008] ont étudié l'effet de traitement de revenu et l'addition de l'élément Fe sur les précipités dans l'alliage Cu-3.1Ni-1.4Si (% en poids) en utilisant la technique EXAFS au bord-K de l'atome Ni. Ils ont observé un changement au niveau du spectre EXAFS qui a été lié au changement local de la structure atomique autour de l'atome Ni par la formation d'autres précipités riches en Ni.

Un examen attentif de la littérature nous a permis de constater qu'aucun travail de recherche n'a été mené dans le but de déterminer la structure fine atomique autour des atomes de soluté dans les alliages Mg-TR après déformation plastique conventionnelle ou sévère. La technique EXAFS implémentée dans un Synchrotron à haute énergie nous permet de suivre ce genre d'investigations. L'EXAFS est une technique qui se base sur l'oscillation de l'absorption des rayons X dans un matériau. Elle est souvent implémentée à côté d'autres techniques de diffraction des rayons X.

Le but de cette partie est d'étudier la structure locale autour de l'atome absorbant Nd de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) avant et après une hyper déformation par la technique HPT et un traitement de revenu en utilisant le rayonnement Synchrotron à haute énergie.

III.D.1 Présentation et discussion des spectres d'absorption au Bord-L3 de l'atome Nd de l'alliage Mg-Nd, après le traitement d'homogénéisation

Les spectres d'absorptions au Bord-L3 de l'atome Nd de l'alliage Mg-Nd, après le traitement d'homogénéisation dans le cas reçu (non normalisé) et normalisé (l'absorption d'un seul rayon X) sont représentés dans la figure III.D.1. Comme nous montre cette figure, un pic autour de 6208 eV correspondant à l'énergie d'absorption au Bord-L3 de l'atome Nd. Les autres oscillations au-dessus de 6208 eV correspondent à l'interaction du photoélectron (émis de Bord-L3 de l'atome Nd) avec les proches voisins. Les spectres des autres échantillons déformés ou/et revenus ont montré la même évolution de l'absorption en fonction de l'énergie du rayon X.

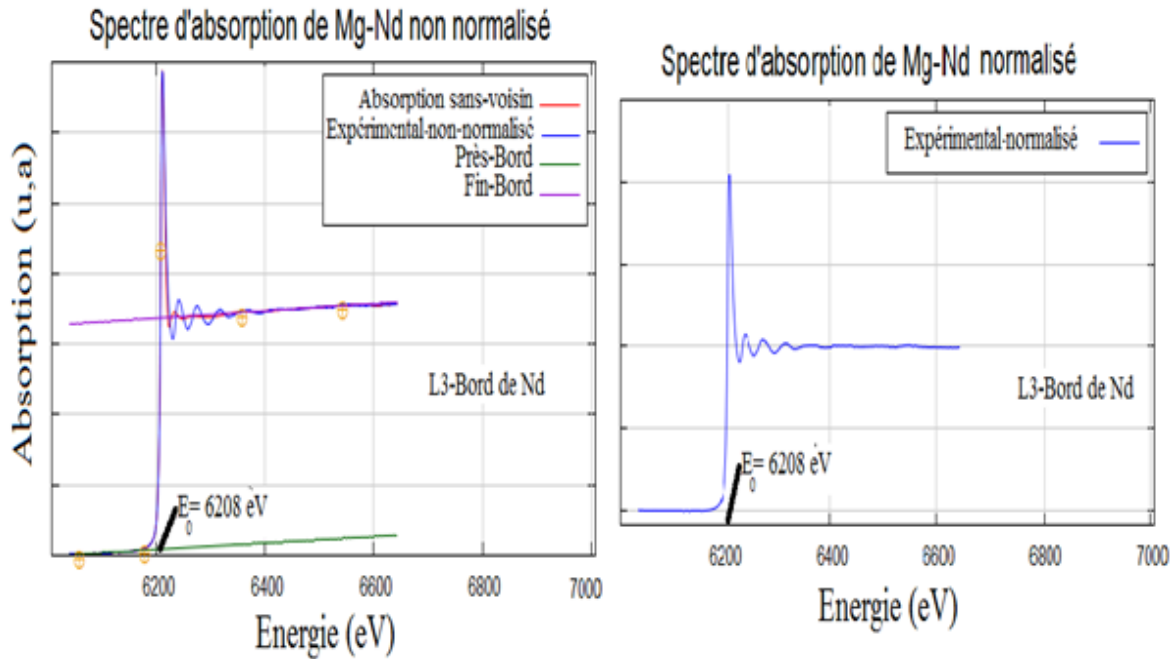


Figure III.D.1 : Spectres d'absorptions au bord-L3 de l'atome Nd de l'alliage Mg-Nd, après l'homogénéisation dans le cas non/et normalisé.

III.D.2 Présentation et discussion des spectres d'EXAFS de l'alliage Mg-Nd, après, l'homogénéisation, HPT et le traitement de revenu

La figure III.D.2 présente les résultats expérimentaux et calculés de la fonction $k^3\chi(k)$ au Bord-L3 de l'atome Nd de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) à l'état homogénéisé (fig III.D.2.a), revenu (fig III.D.2.b) et celui après la déformation par HPT à, 1 tour (fig III.D.2.c), 1 tour-revenu (fig III.D.2.d), 10 tours (fig III.D.2.e) et 10 tours-revenu (fig III.D.2.f).

Il est remarquable que tous les résultats expérimentaux et calculés de tous les échantillons sont approximativement comparables avec une petite perturbation aux grandes valeurs du vecteur d'onde, k qui pourrait être liée théoriquement au champ créé par les électrons appartenant aux atomes situés à grande distance de l'atome absorbant. On peut observer aussi qu'il y a une diminution dans les amplitudes des pics allant de 3 à 5.5 \AA^{-1} dans les échantillons revenus surtout ceux déformés, ce qui signifie une augmentation dans la magnitude (amplitude) dans l'espace réel. Egalement, un comportement inverse est visible par rapport à celui observé entre 3 et 5.5 \AA^{-1} , pour les pics entre 5.5 et 9 \AA^{-1} .

La figure III.D.3 montre les spectres EXAFS expérimentaux et calculés au Bord-L3 de l'atome Nd de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) à l'état homogénéisé (fig III.D.3.a), revenu (fig III.D.3.b) et celui après la déformation par HPT à : 1 tour (fig III.D.3.c), 1tour-

Chapitre III.D: Analyse par EXAFS de la structure fine autour de l'atome Nd de l'alliage Mg-Nd avant/après HPT et revenu

revenu (fig III.D.3.d), 10 tours (fig III.D.3.e) et 10 tours-revenu (fig III.D.3.f). D'après les calculs optimisés, les résultats obtenus sont représentés dans le tableau III.D.1. La longueur de liaison théorique R_{eff} a été tabulée à titre de comparaison. Comme présente ce tableau III.D.1, toutes les diffusions sont de type simple avec aucune présence de diffusions triple ou autres. De plus, les premiers, troisièmes, quatrièmes et cinquièmes pics de tous les échantillons sont liés aux atomes Mg de la matrice avec différente distance entre eux et l'atome central (absorbant) Nd, tandis que le deuxième pic est associé aux atomes Mg de la phase β -Mg₁₂-Nd.

Le tableau III.D.1 nous montre aussi que la longueur de liaison expérimental est proche de la valeur théorique pour tous sauf que les échantillons 1 tour-revenu et 10 tours-revenu ont montré des valeurs un peu faibles pour le premier voisin (~ 2.9 Å). On peut dire que la faible valeur de la distance interatomique du premier voisin de ces deux échantillons (1 tour-revenu et 10 tours-revenu) a été affectée par le grand nombre de coordinations autour du deuxième voisin affecté par le procédé HPT.

D'après les spectres d'EXAFS dans l'espace réel, il est évident qu'il y a une différence de signaux entre les échantillons, homogénéisés et revenus. Les résultats montrent que le traitement de revenu à 250 °C affecte fortement le nombre de coordinations autour de l'élément Nd du présent alliage. Il est observé dans les échantillons revenus que l'amplitude du premier pic situé autour de 3 Å (lié au premier voisin Mg de la matrice Mg) diminue alors que celle du deuxième pic disposé autour de 3.7 Å (lié au deuxième voisin Mg de la phase β -Mg₁₂Nd) augmente comparativement à celle dans le cas de l'alliage homogénéisé, donc le traitement de revenu favorise la précipitation de la phase β -Mg₁₂Nd.

On peut observer aussi que les échantillons déformés et revenus montrent un deuxième pic plus intense que l'échantillon non déformé et on peut noter également que la magnitude du deuxième pic augmente au dépend du premier pic avec le développement de déformation. Hazra *et al.* [Hazra 2009] ont rapporté que les techniques SPD avaient la possibilité d'introduire une grande quantité des sites de germination comparativement aux procédés conventionnels tels que les lacunes (simple et/ou double) et/ou agglomérat de lacunes. Cela peut signifier que l'augmentation de la déformation imposée par l'HPT a permis d'améliorer la mobilité des atomes par la création des sites supplémentaires et favorables pour la précipitation de la phase β -Mg₁₂Nd, ce qui rend sa quantité plus grande à haut niveau de déformation.

Chapitre III.D: Analyse par EXAFS de la structure fine autour de l'atome Nd de l'alliage Mg-Nd avant/après HPT et revenu

D'après la partie III-C, les diffractogrammes des rayons X in-situ de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) non/et déformé (0 min) montrent l'existence, respectivement, d'un et deux pics de la phase β -Mg₁₂Nd avec une faible intensité. Cela nous explique la faible amplitude du deuxième pic observé dans les spectres des échantillons non/et déformés. Tandis que les diffractogrammes des rayons X des échantillons non/et déformés revenus ($t > 0$ min) montrent l'apparence d'autres pics de la phase β -Mg₁₂Nd et leurs intensités augmentent avec l'augmentation de nombre de tours par HPT, cela confirme les résultats obtenus par la technique EXAFS par l'augmentation du nombre d'atomes de Mg liés à la phase β -Mg₁₂Nd de 3.1 au 4.1 pour les échantillons revenus après l'homogénéisation et 10 tours de déformation.

L'inexistence de la phase métastable β_1 -Mg₃Nd dans les spectres d'EXAFS (elle est déjà détectée dans les diffractogrammes in-situ des échantillons revenus) pourrait être liée à sa dissolution à basse température après le traitement de revenu. Saito et Hiraga [Saito 2011] ont rapporté que cette phase apparaît seulement à une température supérieure à 200°C dans l'alliage Mg-2.35Nd (% en poids).

Le manque données bibliographiques sur l'EXAFS appliqué aux alliages à base de Mg hyper déformés, exclut toute comparaison des résultats actuels avec d'autres travaux. Azzeddine *et al.* [Azzeddine 2015] ont été les pionniers à utiliser la technique EXAFS sur l'alliage à base de Cu hyper déformé et revenu par les techniques HPT et ECAP. Les auteurs ont mentionné après le procédé ECAP et revenu, que le signal d'EXAFS montre que les premiers, deuxièmes et quatrièmes pics sont associés à l'interaction Ni-Cu (Cu de la matrice), alors que le troisième pic a été associé à la diffusion Ni-Ni (Ni appartient à Ni₂Si ou Ni₃₁Si₁₂). Les mêmes auteurs ont signalé qu'après HPT, tous les pics appartiennent aux interactions Ni-Cu (Cu de la matrice) alors qu'après le revenu, le premier et le quatrième pics restent de type Ni-Cu (Cu de la matrice), tandis que le deuxième et le troisième pic sont liés à l'interaction Ni-Ni (Ni₅Si₂). Le nombre de coordinations et la distance inter-atomique ont été également changés après le revenu [Azzeddine 2015]. En conséquence, le procédé HPT a pu changer l'ordre atomique autour de l'atome absorbant Ni de l'alliage Cu-2.5Ni-0.6Si (% en poids).

Le procédé HPT du présent alliage n'a pas pu faire un tel désordre, mais le traitement de revenu a affecté fortement le nombre de coordination du deuxième pic lié à la phase Mg₁₂Nd. Ceci peut être attribué aux défauts introduits lors de la déformation qui améliorent la mobilité des atomes notamment appartenant au précipité β -Mg₁₂Nd lors de revenu.

Chapitre III.D: Analyse par EXAFS de la structure fine autour de l'atome Nd de l'alliage Mg-Nd avant/après HPT et revenu

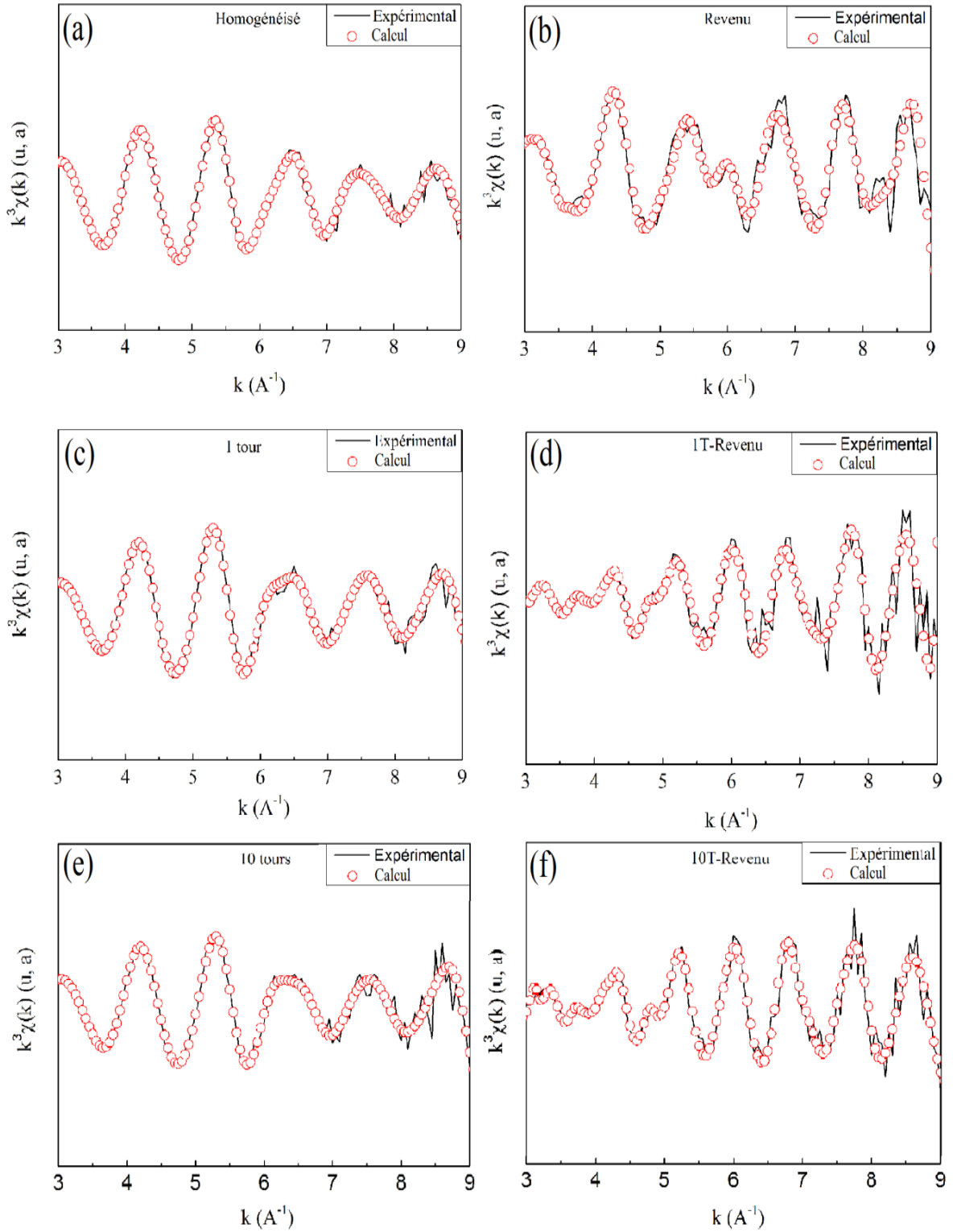


Figure III.D.2: Résultats expérimentaux et calculés de $k^3\chi(k)$ au bord-L3 de Nd de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) à l'état : a) Homogénéisé, b) Revenu, et déformé par HPT jusqu'à: c) 1 tour, d) 1T-Revenu, e) 10 tours et f) 10T-Revenu

Chapitre III.D: Analyse par EXAFS de la structure fine autour de l'atome Nd de l'alliage Mg-Nd avant/après HPT et revenu

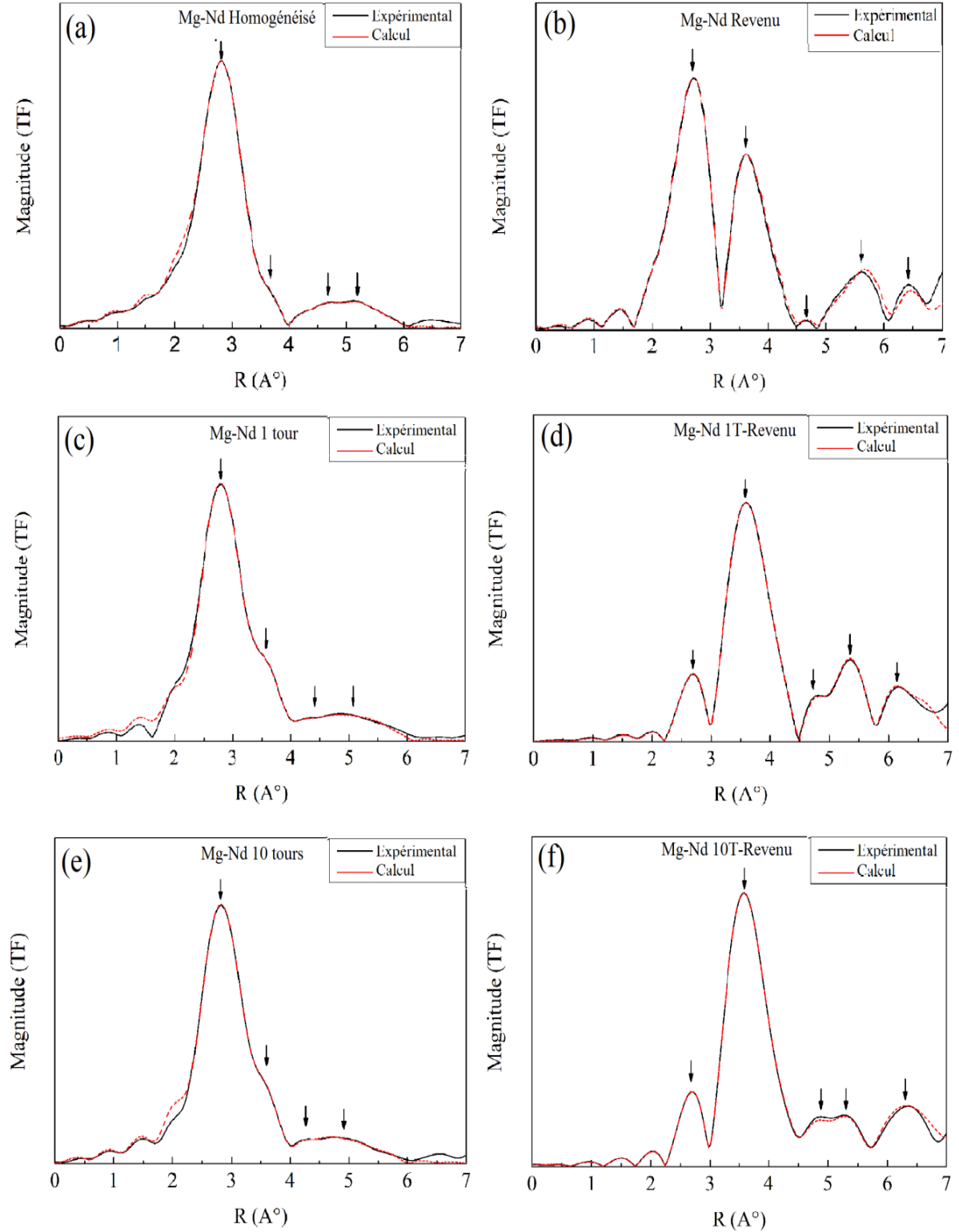


Figure III.D.3: Spectres d'EXAFS expérimentaux et calculés au bord-L3 de Nd de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) à l'état : a) Homogénéisé, b) Revenu, et déformé par HPT jusqu'à: c) 1 tour, d) 1T-Revenu, e) 10 tours et f) 10T-Revenu.

Chapitre III.D: Analyse par EXAFS de la structure fine autour de l'atome Nd de l'alliage Mg-Nd avant/après HPT et revenu

Tableau III.D.1: Résultats du calcul des manips d'EXAFS de l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids) au bord-L3 de l'atome Nd.

	Echantillon	Liaison atomique	Nombre de coordinations	Longueur de Liaison, R (Å)	R _{eff} (Å)
Non Revenu	Mg-Nd Homogénéisé	Nd-Mg (<i>Matrice</i>)	8.0	3.25477	3.18510
		Nd-Mg (<i>Mg₁₂Nd</i>)	1.2	3.70600	3.72190
		Nd-Mg (<i>Matrice</i>)	4.2	4.59016	4.50440
		Nd-Mg (<i>Matrice</i>)	15.0	5.57986	5.52540
	Mg-Nd-1 tour	Nd-Mg (<i>Matrice</i>)	8.1	3.29642	3.18510
		Nd-Mg (<i>Mg₁₂Nd</i>)	1.1	3.70725	3.72190
		Nd-Mg (<i>Matrice</i>)	3.8	4.52529	4.50440
		Nd-Mg (<i>Matrice</i>)	14.4	5.64804	5.52540
	Mg-Nd-10 tours	Nd-Mg (<i>Matrice</i>)	8.0	3.29796	3.18510
		Nd-Mg (<i>Mg₁₂Nd</i>)	1.1	3.72724	3.72190
		Nd-Mg (<i>Matrice</i>)	3.9	4.29033	4.50440
		Nd-Mg (<i>Matrice</i>)	14.8	5.56420	5.52540
Revenu	Mg-Nd-Revenu	Nd-Mg (<i>Matrice</i>)	5.8	3.20172	3.18510
		Nd-Mg (<i>Mg₁₂Nd</i>)	3.1	3.75572	3.72190
		Nd-Mg (<i>Matrice</i>)	2.6	4.72610	4.50440
		Nd-Mg (<i>Matrice</i>)	14.7	5.56704	5.52540
		Nd-Mg (<i>Matrice</i>)	10.5	6.10935	6.07880
	Mg-Nd-1 tour Revenu	Nd-Mg (<i>Matrice</i>)	3.4	2.93946	3.18510
		Nd-Mg (<i>Mg₁₂Nd</i>)	4.0	3.71212	3.72190
		Nd-Mg (<i>Matrice</i>)	5.0	4.42272	4.50440
		Nd-Mg (<i>Matrice</i>)	14.7	5.56683	5.52540
		Nd-Mg (<i>Matrice</i>)	11.1	6.05197	6.07880
	Mg-Nd-10 tours-Revenu	Nd-Mg (<i>Matrice</i>)	3.0	2.94882	3.18510
		Nd-Mg (<i>Mg₁₂Nd</i>)	4.1	3.81813	3.72190
		Nd-Mg (<i>Matrice</i>)	3.5	4.79770	4.50440
		Nd-Mg (<i>Matrice</i>)	14.0	5.52933	5.52540
		Nd-Mg (<i>Matrice</i>)	11.6	6.08414	6.07880

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Conclusion générale

Nous avons étudié la microstructure et la texture cristallographique ainsi que les transformations de phases de deux alliages binaires Mg-1.43Nd et Mg-1.44Ce (% en poids) hyper déformés à froid par la technique sévère HPT (High Pressure Torsion) jusqu'à 10 tours.

La microstructure de deux alliages Mg-1.43Nd et Mg-1.44Ce (% en poids) après le traitement de mise en solution solide montrent une microstructure granulaire allongée avec une taille $\sim 400 \mu\text{m}$, avec l'existence d'une deuxième phase précipitée Mg_{12}Ce dans l'alliage contenant l'élément Ce.

La texture initiale est considérée comme aléatoire pour les deux alliages. Une texture fibreuse basale a été obtenue pour les deux alliages hyper déformés par HPT, et les résultats démontrent également que l'alliage Mg-1.44Ce (% en poids) développe une texture faible par rapport à l'alliage Mg-1.43Nd (% en poids). Ceci, pourrait être lié à l'interaction de l'élément Ce avec les dislocations et les joints des grains. En effet, la texture obtenue dans le présent travail est qualitativement modifiée.

Les mesures de microdureté Vickers montrent que les deux alliages ont été durcis avec l'augmentation de nombre de tours de HPT. Les valeurs de microdureté obtenues après 10 tours de HPT sont 65 et 96 Hv respectivement pour les alliages Mg-Ce et Mg-Nd.

Le phénomène de recristallisation et la séquence de précipitation ont été examinés lors des traitements isochronique et isothermique par la technique DSC et la diffraction des rayons X à haute énergie respectivement, et parmi les résultats obtenus, il a été mis en évidence que :

- La séquence de précipitation dans les deux alliages est en accord avec d'autres travaux de même type d'alliages Mg-TR (TR= Nd, Ce).
- Les températures de la recristallisation obtenues pour les présents alliages Mg-Nd et Mg-Ce sont respectivement dans l'intervalle, 138-172.5 °C et 135.5-177 °C.
- La température de la recristallisation a été réduite pour les deux alliages sous l'effet de l'hyper déformation par HPT.
- Les valeurs obtenues de l'énergie d'activation pour les deux alliages sont proches à l'énergie d'autodiffusion dans les joints de grain dans le magnésium (92 KJ/mole).

Conclusion générale et perspective

- Le paramètre d'Avrami obtenu indiquant le mécanisme de recristallisation pour les deux alliages est proche de 1.5, alors la recristallisation a été effectuée par une germination dans le volume du matériau contrôlée par la diffusion avec un nombre constant de germes.
- Les phases $\beta_1\text{-Mg}_3\text{Nd}$ et $\beta\text{-Mg}_{12}\text{Nd}$ se développent plus rapidement après le procédé HPT par rapport à l'état non déformé et leurs quantités augmentent avec l'augmentation de déformation introduite par HPT.
- La cinétique de la phase précipitée $\beta_1\text{-Mg}_3\text{Nd}$ est plus rapide après 10 tours que 1 tour et sa dissolution complète a été observée après 10 tours de déformation et 5 h de revenu.
- Les intensités de la phase $\beta\text{-Mg}_{12}\text{Nd}$ montrent une augmentation continue avec la progression du temps de revenu après 1 et 10 tours HPT.
- Les valeurs de l'énergie d'activation pour les trois phases précipitées (β''' , $\beta_1\text{-Mg}_3\text{Nd}$ et $\beta\text{-Mg}_{12}\text{Nd}$) montrent une diminution avec l'augmentation de déformation par HPT. Ceci signifie que le procédé HPT a rendu la précipitation des différentes phases un peu plus facile à l'aide des défauts qui améliorent leur cinétique.
- Les valeurs d'énergie d'activation pour les deux phases, β''' et $\beta_1\text{-Mg}_3\text{Nd}$ sont comparables à l'énergie d'autodiffusion dans le réseau du magnésium (135 kJ/mole).
- Le paramètre d'Avrami de précipitation de la phase $\beta\text{-Mg}_{12}\text{Nd}$ est égale 1, ce qui signifie que la réaction corresponde à un mécanisme de germination aux joints de grains après saturation des sites avec croissance de particules en 2 dimensions.

La structure fine autour de l'atome Nd de l'alliage Mg-Nd a été également étudiée avant/après HPT et après le revenu à 250 °C pendant 5 heures, en utilisant la spectroscopie d'absorption EXAFS, et les principaux résultats sont comme suivant :

- Les premiers, troisièmes, quatrièmes et cinquièmes pics d'EXAFS de tous les échantillons ont été liés aux atomes Mg de la matrice avec différentes distances entre eux et l'atome central (absorbant) Nd, tandis que le deuxième pic a été associé aux atomes Mg de la phase précipitée $\beta\text{-Mg}_{12}\text{Nd}$ et sa magnitude relativement liée à l'état de l'échantillon (revenu ou non et déformé ou non).
- Les résultats d'EXAFS confirment ceux de diffraction des rayons X par la détection de la phase $\beta\text{-Mg}_{12}\text{Nd}$ et son intensité. L'inexistence de la phase métastable $\beta_1\text{-Mg}_3\text{Nd}$ dans les spectres d'EXAFS (elle est déjà détectée dans les diffractogrammes des rayons X in-situ des échantillons revenus) pourrait être liée à sa dissolution à basse température (lors de trempe).

Conclusion générale et perspective

- La distance interatomique n'est pas fortement affectée par la déformation et le revenu, tandis que le nombre de coordinations surtout celui de deuxième pic est affecté par le revenu.

Perspectives:

Il serait intéressant, afin que l'étude soit exhaustive et complète, de réaliser des caractérisations des défauts ponctuels (lacunes), linéaires (dislocations) et volumiques (amas de lacunes) afin de mieux comprendre leurs relations et interactions avec les transformations de phases et surtout leur densité après hyper déformation par HPT.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

- [**Abdessameud 2009**] S. Abdessameud, D. Bradai. Can. Metall. Q. 48 (2009) 433–442.
- [**Abib 2015**] K. Abib, F. Hadj-Larbi, L. Rabahi, B. Alili, D. Bradai. Trans. Nonferrous Met. Soc. China. 25 (2015) 838–843.
- [**Aikaterini 2010**] Z. Aikaterini. Mater. Charact. 61 (2010) 141–144.
- [**Agnew 2003**] S. R. Agnew, O. Duygulu. Mater. Sci. Forum. 419-422:177–188, 2003.
- [**Agnew 2004**] S. R. Agnew, J. A. Horton, T. M. Lillo, D. W. Brown. Scripta Mater 2004;503:377–81.
- [**Agnew 2005**] S. R. Agnew, Ö. Duygulu. Int. J. Plast. 21 (2005) 1161.
- [**Ahlborn 1969**] H. Ahlborn, E. Hornbogen, U. Köster. J. Mats. Sci., 4 (1969) 944-950.
- [**Alili 2013**] B. Alili, H. Azzeddine, K. Abib, D. Bradai. Trans. Nonferrous Met. Soc. China. 23 (2013) 2215–2221.
- [**Al-Samman 2007**] T. Al-Samman, G. Gottstein. Mater. Sci. Forum. Vols. 539-543 (2007) pp. 3401-3406.
- [**Al-Samman 2008**] T. Al-Samman, G. Gottstein. Mater. Sci. Eng., A. 488 (2008) 406–414.
- [**Al-Samman 2009**] T. Al-Samman. Acta Mater. 57 (2009) 2229–2242.
- [**Al-Samman 2010**] T. Al-Samman, X. Li, S. G. Chowdhury. Mater. Sci. Eng., A. 527 (2010) 3450–3463.
- [**Al-Samman 2011**] T. Al-Samman, X. Li. Mater. Sci. Eng., A. 528 (2011) 3809.
- [**Al-Zubaydi 2013**] A. Al-Zubaydi, R. B. Figueiredo, Y. Huang, T. G. Langdon. J. Mater Sci (2013) 48:4661–4670.
- [**Antion 2003**] C. Antion, P. Donnadieu, F. Perrad, A. Deschamps, C. Tassin, A. Pisch, Acta Mater. 51 (2003) 5335.
- [**Arab 2013**] S. M. Arab, A. Akbarzadeh. Journal of Magnesium and Alloys. 1 (2013) 145-149.
- [**Avrami 1941**] M. Avrami. J. Chem. Phys. 7 (1941) 184–177.
- [**Azeem 2010**] M. A. Azeem, A. Tewari, S. Mishra, S. Gollapudi, U. Ramamurty, Acta Mater. 58 (2010) 1495–1502.
- [**Azzeddine 2012**] H. Azzeddine. Contribution à l'étude de quelques propriétés physico-métallurgiques des alliages à base de Mg : Microstructure et Texture Cristallographique. Thèse de doctorat. Université d'USTHB. 2012.
- [**Azzeddine 2012A**] H. Azzeddine, D. Bradai. Int. J. Mat. Res. 11 (2012) 1351–1360.

- [**Azzeddine 2012B**] H. Azzeddine, D. Bradai. Mater. Sci. Forum. 702-703 (2012) 453–456.
- [**Azzeddine 2014**] H. Azzeddine, B. Mehdi, L. Hennet, D. Thiaudière, B. Alili, M. Kawasaki, D. Bradai, T.G. Langdon. Mater. Sci. Eng., A. 597 (2014) 288–294.
- [**Azzeddine 2015**] H. Azzeddine, M. Harfouche, L. Hennet, D. Thiaudiere, M. Kawasaki, D. Bradai, T.G. Langdon. Philos Mag. Vol. 95, No. 23, 2482–2490, (2015).
- [**Baber 2004**] R. E. Barber, T. Dudo, P. B. Yasskin, K. T. Hartwig, Scripta Mater. 51 (2004) 373.
- [**Ball 1994**] E. A. Ball, P. B. Prangnell, Scripta Metall. Mater. 31 (1994) 111.
- [**Barnett 2003**] M. R. Barnett. Metall. Mater. Trans. A. 34: 1799–806, 2003.
- [**Basu 2013**] I. Basu, T. Al-Samman , G. Gottstein. Mater. Sci. Eng., A. 579 (2013) 50–56.
- [**Basu 2014**] I. Basu, T. Al-Samman. Acta Mater. 67 (2014) 116–133.
- [**Basu 2015**] I. Basu, T. Al-Samman. Acta Mater. 96 (2015) 111–132.
- [**Beausir 2007**] B. Beausir, L. S. Toth, K. W. Neale, Acta Mater. 55 (2007) 2695–2705.
- [**Benchabane 2008**] G. Benchabane, Z. Boumerzoug, I. Thibon, T. Gloriant. Mater. Charact. 59 (2008) 1425-1428.
- [**Bi 2011**] G. Bi, D. Fang, L. Zhao, J. Lian, Q. Jiang, Z. Jiang. Mater. Sci. Eng., A 528 (2011) 3609–3614.
- [**Biswas 2010**] S. Biswas, S. S. Dhinwal, S. Suwas. Acta Mater. 58 (2010) 3247–3261.
- [**Bohlen 2007**] J. Bohlen, D. Letzig, K.U. Kainer. Mat. Sci. Forum. 1 (2007) 546–549.
- [**Bonarski 2008**] B. J. Bonarski, E. Schafler, B. Mingler, W. Skrotzki, B. Mikulowski, M. J. Zehetbauer. J. Mater. Sci. 43 (2008) 7513–7518.
- [**Boswell 1980**] P. G. Boswell. J. Therm. Anal. 18 (1980) 353–358.
- [**Bourezg2017C**] Y. I. Bourezg, H. Azzeddine, Y. Huang, D. Bradai, T. G. Langdon. Investigation of recrystallization kinetic by DSC analysis of Mg-Ce alloy after Severe Plastic Deformation. Proceedings of 26th International Conference on Metallurgy and Materials. Brno, 24-26 May, 2017, Czech Republic.©2017 TANGER Ltd. OSTRAVA, ISBN 978-80-87294-73-4.
- [**Bourezg2017D**] Y. I. Bourezg, H. Azzeddine, L. Hennet, D. Thiaudière, Y. Huang, D. Bradai, T. G. Langdon. J. Alloys Compd. 719 (2017) 236-241.
- [**Bridgman 1935**] P. W. Bridgman, Phys. Rev. 48 (1935) 825.
- [**Bridgman 1943**] P. W. Bridgman, J. Appl. Phys. 14 (1943) 273.
- [**Bunge 1965**] H. J. Bunge, Z. Metallkd. 56 (1965) P 872.
- [**Bunge 1982**] H. J. Bunge. Butterworths (1982).

- [Burke 1968] J. Burke, La cinétique des changements de phases dans les métaux, Masson et C^{ie} Editeurs (1968).
- [Cahn 1956] J. W. Cahn. Acta Mater, 4:449–459, 1956.
- [Can 2011] W. Can, H. Peide, Z. Lu, Z. Caili, X. Bingshe. Rare Metal Materials & Engineering. 40 (2011) 590–594.
- [Carmichael 1996] C. M. Carmichael, A. S. Malin, M. Hatherly. In Proceedings of ICOTOM 11 (Eds. Z. Liang, L. Zou, and Y. Chu), International Academic Publishers, Beijing (1996) 254.
- [Chao 2011] H. Y. Chao, H. F. Sun, W. Z. Chen, E. D. Wang. Mater. Charact. 62 (2011) 312–320.
- [Choudhuri 2014] D. Choudhuri, N. Dendge, S. Nag, S. Meher, T. Alam, M. A. Gibson, R. Banerjee. J. Mater. Sci. 49 (2014) 6986–7003.
- [Christian 1965] J. W. Christian. The Theory of Transformations in Metals and Alloys. Ed. Pergamon Press, London; 1965.
- [Cizek 2005] J. Cizek, I. Prochazka, B. Smola, I. Stulikova, R. Kuzel, Z. Matej, V. Cherkaska, R.K. Ismagaliev, O. Kulyasova. Acta. Phys. Pol. A. 107 (2005) 738-744.
- [Cizek 2007] J. Cizek, I. Prochazka, B. Smola, I. Stilukova, R. Kuzel, Z. Matej, V. Cherkaska, R. K. Islamgaliev, O. Kulyasova. Mater. Sci. Eng., A. 462 (2007) 121–126.
- [Clarke 1965] J. B. Clarke. Acta Mater. 13 (1965) 1281–1289.
- [Cottam 2008] R. Cottam, J. Robson, G. Lorimer, B. Davis. Mater. Sci. Eng., A. 485 (2008) 375–382.
- [Couling 1959] S. L Couling, J. F Pashak, L. Sturkey. Trans ASM. 1959; 51:94.
- [Doherty 1997] R. D. Doherty, D. A. Hughes, F. J. Humphreys, J. J. Jonas, D. J. Jensen, M. E. Kassner, W. E. King, T. R. McNelley, H. J. McQueen, A. D. Rollett. Mater. Sci. Eng., A. 238 (1997) 219–274.
- [Drits 1972] M. E. Drits, Z. A. Sviderskaya, E. M. Padezhnova, Tekhnol. Legk. Splavov. 2 (1972) 15 (in Russian).
- [Drits 1976] M. E. Drits, L. L. Rokhlin, N. I. Nikitina, Tekhnol. Legk. Splavov. 1 (1976) 22 (in Russian).
- [Dumitru 2014A] F. D. Dumitru, O. F. Higuera-Cobos, J. M. Cabrera. Mater. Sci. Eng., A. 594 (2014) 32–39.
- [Dumitru 2014B] F. D. Dumitru, B. Ghiban, J. M. Cabrera, O. F. Higuera-Cobos, G. Gurau, N. Ghiban. Key. Eng. Mater. 583 (2014) 32–35.

- [Easton 2012] M. A. Easton, M. A. Gibson, D. Qiu, S. M. Zhu, J. Grobner, R. Schmid-Fetzer, J. F. Nie, M. X. Zhang. *Acta Mater.* 60 (2012) 4420–4430.
- [Edalati 2011] K. Edalati, A. Yamamoto, Z. Horita, T. Ishihara. *Scripta Mater.* 64 (2011) 880–883.
- [Elfiad 2016] D. Elfiad, Y. I. Bourezg, H. Azzeddine, D. Bradai. *Int. J. Mater. Res.* 107 (2016) 315–323.
- [Engler 2010] O. Engler, V. Randle. *Introduction to texture analysis; Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping*. 2nd edition. Taylor and Francis Group, 2010.
- [Evdokimenko 1963] V. I. Evdokimenko, P. I. Kripyakevich. *Soviet Phys: Cryst.*, 8 (1963), 135.
- [Figueiredo 2007] R. B. Figueiredo, P. R. Cetlin, T. G. Langdon, *Acta Mater.* 55 (2007) 4769.
- [Figueiredo 2010] R. B. Figueiredo, P. R. Cetlin, T. G. Langdon, *Metall. Mater. Trans.* 41A (2010) 778.
- [Figueiredo 2011] R. B. Figueiredo, T. G. Langdon. *Materials Science and Engineering A* 528 (2011) 4500–4506.
- [Fornasini 2003] P. Fornasini. *Introduction to X-ray absorption spectroscopy*, in: S. Mobilio and G. Vlaic (Eds.) *Synchrotron Radiation: Fundamentals, Methodologies and Applications*, Conference Proceedings, Vol. 82, SIF, Bologna, 2003, pp. 129–170.
- [Frost 1982] H. J. Frost, M. F. Ashby. *Deformation Mechanism Maps*, Pergamon Press, Oxford, 1982.
- [Galiyev 2001] A. Galiyev, R. Kaibyshev, G. Gottstein. *Acta Mater.* 49 (2001) 1199–1207.
- [Galiyev 2003] A. Galiyev, R. Kaibyshev, T. Sakai. *Mater. Sci. Forum.* 419–422 (2003) 509–514.
- [Gall 2013] S. Gall, R. S. Coelho, S. Müller, W. Reimers. *Materials Science & Engineering A*. 579 (2013) 180–187.
- [Gao 2009] N. Gao, M. J Starink, T. G. Langdon. *Mater. Sci. Tech.*, 25 (2009) 687.
- [Ghosh 2011] K. Ghosh, N. Gao. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*. 21(2011) 1199–1209.
- [Gradwell 1972] K. J. Gradwell: Ph.D. Dissertation, University of Manchester, Manchester, U.K., 1972.
- [Grewen 1973] J. Grewen. In *Proc. 3ème Colloq. Europ. sur les Textures des Métaux et leurs Application Industrielle*, Pont-à-Mousson (Ed. R. Penelle), Societe Francaise de Metallurgie, Nancy, France (1973) 195.

- [Gorsse 2005] S. Gorsse, C. R. Hutchinson, B. Chevalier, J. F. Nie: *J. Alloys Compd.* 2005, vol. 392, pp. 253–62.
- [Gottstein 2004] G. Gottstein. *Physical Foundations of Materials Science*. Springer, 2004.
- [Gottstein 2005] G. Gottstein, T. Al Samman. *Mater. Sci. Forum.* Vols. 495-497 (2005) pp. 623-632.
- [Gubicza 2007] J. Gubicza, I. Schiller, N. Q. Chinh, J. Illy, Z. Horita, T. G. Langdon. *Mater. Sci. Eng., A.* 460–461 (2007) 77–85.
- [Guo 2013] X. Q. Guo, W. Wu, P.D. Wu, H. Qiao, K. An, P.K. Liaw. *Scripta Mater.* 69 (2013) 319-322.
- [Haessner 1978] F. Haessner. *Recrystallisation of Metallics Materials*, editor F. Haessner 2^e Edition, Rieder-Verlag, Stuttgart (1978).
- [Hagiwara 2001] Y. Hagiwara, M. Niikura, M. Shimotomai, Y. Abe, Y. Shirota. *Journal of the Japan Society for Technology of Plasticity.* 42(484) (2001) 402–407.
- [Haiou 2000] J. Haiou, L. Jian, S. Fumi, S. Saimoto. *Mat. Sci. Forum.* 331-337 (2000) 745-750.
- [Hajizadeh 2013] K. Hajizadeh, S. G-Alamdari, B. Eghbali. *Physica B.* 417 (2013) 33-38.
- [Hansen 1990] N. Hansen. *Mater. Sci. Technol.* 6 (1990) 1039-1047.
- [Hantzsche 2010] K. Hantzsche, J. Bohlen, J. Wendt, K. U. Kainer, S. B. Yi, D. Letzig. *Scr. Mater.* 63 (2010) 725–730.
- [Hatherly 1979] M. Hatherly, A.S. Malin. *Metals Tech.*, 6 (1979) 308.
- [Hazra 2009] S. S. Hazra, A. A. Gazder, E. V. Pereloma. *Mater. Sci. Eng., A.* 524(2009)158–167.
- [Higuera-Cobos 2013] O. F. Higuera-Cobos, J. M. Cabrera. *Mater. Sci. Eng., A.* 571 (2013) 103–114.
- [Hirsch 2013] J. Hirsch, T. Al-Samman. *Acta Mater.* 61 (2013) 818–843.
- [Hisa 2002] M. Hisa, J. C. Barry and G. L. Dunlop: *Phil. Mag. A*, 2002, vol. 82, pp. 497–510.
- [H-Larbi 2015] F. Hadj-Larbi, H. Azzeddine, T. Baudin, M-H. Mathon, F. Brisset, A-L. Helbert, M. Kawasaki, B. Djamel, T. G. Langdon. *J. Alloys. Compd.* 638 (2015) 88–94.
- [Horita 2005] Z. Horita, T. G. Langdon. *Mater. Sci. Eng., A.* (2005) 410–411:422.
- [Horita 2009] Z. Horita. In “Bulk Nanostructured Materials”, Edited by Zehetbauer, M. J. - Zhu, Y. T. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim. 2009 205-215.
- [Hornbogen 1978] E. Hornbogen, V. Köster, *Recrystallization of Metallic Materials*, Stuttgart, Dr. Rieder Verlag, 1978.

- [**Huang 2012A**] Y. Huang, R. B. Figueiredo, T. Baudin, A. L. Helbert, F. Brisset, T. G. Langdon, Effect of temperature on the processing of a magnesium alloy by high-pressure torsion, *J. Mater. Sci.* 47 (2012) 7796–7806.
- [**Huang 2012B**] Y. Huang, R. B. Figueiredo, T. Baudin, F. Brisset, T. G. Langdon. *Adv Eng Mater* (2012) 14:1018.
- [**Huang 2013**] Y. Huang, R. B. Figueiredo, T. Baudin, A-L. Helbert, F. Brisset, T. G. Langdon. *Mater. Res.* 16 (2013) 577–585.
- [**Hughes 1991**] D. A. Hughes, N. Hansen, *Mater. Sci. Technol.* 7 (1991) 544-553.
- [**Hughes 1995**] D. A. Hughes, *Proceedings of the Sixteenth Riso International Symposium on Material Science*, Edited by N. Hansen, D. Juul Jensen, Y.L. Liu, B. Ralph, Roskilde, Denmark (1995) 63.
- [**Hughes 1997**] D. A. Hughes, N. Hansen. *Acta Mater.* 45 (1997) 3871-3886.
- [**Humphreys 1995**] F. J. Humphreys, M. Hatherly. *Recrystallisation and Related Annealing Phenomena*, Elsevier Science Ltd, Oxford, Reino Unido (1995).
- [**Humphreys 2003**] A. O. Humphreys, D. Liu, M. R. Toroghinejad, E. Essadiqi, J. J. Jonas, *Mater.Sci. Technol.* 19 (2003) 709–714.
- [**Humphreys 2004**] F. J. Humphreys, M. Hatherly. *Recrystallization and related annealing phenomena*. Oxford: Pergamon Press; 2004.
- [**Ion 1982**] S. E. Ion, F. J. Humphreys, and S. H. White. *Acta Mater.* 30 (1982) 1909–1919.
- [**Ivanisenko 2008**] Y. Ivanisenko, H. J. Fecht. *Mater. Sci. Forum.* (2008) 584–586:203.
- [**Iwahashi 1998**] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon. *Metall. Mater. Trans. A* 29 (10), 1998. 2503–2510.
- [**Jage 2006**] A. Jage, P. Lukac, V. Gartnerova, J. Haloda, M. Dopita. *Mater. Sci. Eng., A.* 2006;432:20.
- [**Jiang 2000**] H. Jiang, Y. T. Zhu, D. P. Butt, I. V. Alexandrov, T. C. Lowe. *Mster. Sci. Eng., A.* (2000) 290:128.
- [**Jiang 2007**] L. Jiang, J. J. Jonas, R. K. Mishra, A. A. Luo, and A. K. Sachdev. *Acta Mater.* 55:3899–3910, 2007.
- [**Jung 2015**] I-H. Jung, M. Sanjari, J.K-S.S. Yue. *Scripta Mater.* 102 (2015) 1–6.
- [**Kainer 2003**] K. U. Kainer. *Magnesium Alloys and Technology*. Wiley-VCH, 2003.
- [**Kaneko 2003**] S. Kaneko, K. Fukuda, H. Utsunomiya, T. Sakai, Y. Saito, N. Furushiro. *Mater. Sci. Forum.* 426–432 (2003) 2649–2654.
- [**Kang 2008**] S. H. Kang, Y. S. Lee, J. H. Lee, *J. Mater. Process. Technol.* 201 (2008) 436-440.

Références bibliographiques

- [**Kang 2012**] Y.-B. Kang, L. Jin, P. Chartrand, A.E. Gheribi, K. Bai, P. Wu. Thermodynamic evaluations and optimizations of binary mg-light rare earth (La, Ce, Pr, Nd, Sm) systems. *Calphad*, 38:100-116, September 2012.
- [**Karimzadeh 1985**] H. Karimzadeh: Ph.D. Dissertation, The University of Manchester, Manchester, U.K., 1985.
- [**Kawasaki 2008**] M. Kawasaki, T. G. Langdon *TG. Mater. Sci. Eng., A.* (2008) 498:341.
- [**Kawasaki 2010**] M. Kawasaki, B. Ahn, T. G. Langdon. *Mater. Sci. Eng., A.* (2010) 527:7008.
- [**Kawasaki 2010A**] M. Kawasaki, B. Ahn, T. G. Langdon. *J. Mater. Sci.* (2010) 45:4583.
- [**Kawasaki 2010B**] M. Kawasaki, B. Ahn, T. G. Langdon. *Acta. Mater.* (2010) 58:919.
- [**Kawasaki 2014**] M. Kawasaki. *J. Mater. Sci.* (2014) 49:18–34
- [**Khadidja 2016**] A. Khadidja, M. J. B. Alberto, A. Baya, B. Djamel. *Mater. Charact.* 112 (2016) 252–258.
- [**Khereddine 2013**] A. Y. Khereddine, F. Hadj Larbi, M. Kawasaki, T. Baudin, D. Bradai, T.G. Langdon. *Mater. Sci. Eng., A.* 576 (2013) 149–155.
- [**Kissinger 1957**] H. E Kissinger. *Anal. Chem.* 29 (1957) 1702–1706.
- [**Kocich 2016**] R. Kocich, L. Kuncicka, P. Kral, T. C. Lowe. *Mater. Des.* 90 (2016) 1092-1099.
- [**Koike 2005**] J. Koike. *Metall. Mater. Trans. A.* 36:1689–1696, 2005.
- [**Koningsberger 1988**] D. C. Koningsberger, R. Prins. *X-Ray Absorption: Principles, Applications, Techniques of EXAFS, SEXAFS and XANES; Chemical Analysis*, Volume 92, John Wiley and Sons, New York, 1988.
- [**Kopp 2010**] V. Kopp. *Analyse et modélisation de transformations de phase par précipitation dans des alliages de magnésium modèles*. thèse PhD, Université de Rouen, Rouen, France, 2010.
- [**Kopp 2011**] V. Kopp, W. Lefebvre, and C. Pareige: *J. Phase Equil. Diffusion*, 2011, vol. 32, pp. 298–301.
- [**Korbel 1981**] A. Korbel, M. Richert, J. Richert. *The Effects of Very High Cumulative Deformation on Structure and Mechanical Properties of Aluminium*. *Proceedings of Second RISO International Symposium on Metallurgy and Material Science*, Roskilde, (1981), 445–450.
- [**Langdon 2006**] T. G. Langdon. *J. Mater. Sci.* 41 (2006) 597–609.
- [**Laser 2008**] T. Laser, C. Hartig, M.R. Nurnberg, D. Letzig, R. Bormann, *Acta Mater.* 56 (2008) 2791.

Références bibliographiques

- [Lee 2015] H-J. Lee, S. K. Lee, K. H. Jung, G. A. Lee, B. Ahn, M. Kawasaki, T. G. Langdon. *Mater. Sci. Eng., A*.630 (2015) 90–98.
- [Li 2009] X. Li, P. Yang, L. N. Wang, L. Meng, F. Cui. *Mater. Sci. Eng., A*. (2009) 517:160.
- [Li 2012] X. Li, F. Jiao, T. Al-Samman, S. Ghosh Chowdhury. *Scripta Mater.* 66 (2012) 159–162.
- [Lie 2011] R. G. Li, J. F. Nie, G. J. Huang, Y. C. Xin, Q. Liu. *Scr. Mater.* 64 (2011) 950–953.
- [Ligero 1991] R. A. Ligero, J. Ligero, X. M. C-Ruiz, R. J-Garay. *J. Mater. Sci.* 26 (1991) 211–215.
- [Lin 2009] J. Lin, Q. Wang, L. Peng, H. J. Roven. *J. Alloys. Compd.* Vol. 476 (2009) pp. 441.
- [Lorimer 2005] G.W. Lorimer, L.W.F. Mackenzie, F.J. Humphreys, T. Wilks, *Mater. Sci. Forum.* 488–489 (2005) 99.
- [Mackenzie 2007] L. W. F. Mackenzie, B. Davis, F. J. Humphreys, G. W. Lorimer, *Mater. Sci. Technol.* 23 (2007) 1173.
- [Mackenzie 2008] L. W. F. Mackenzie, M. O. Pekguleryuz. *Scripta Mater.* (2008) 59:665.
- [Maki 2001] M. Maki. *Future Trend of New Metallurgy Due to Creation of Ultra Fine Grain Steels, Metals & Technology.* Kinzoku, (2001) 71/8:771–778.
- [Matusita 1985] K. Matusita, K. Miura, T. Komatsu. *Thermochim Acta.* 88 (1985) 283–288.
- [Meng 2014] F. Meng, J. M. Rosalie, A. Singh, H. Somekawa, K. Tsuchiya. *Scripta Mater.* 78–79 (2014) 57–60.
- [Mchargue 1963] C. J. Mchargue, H. E. McCoy. *Trans. AIME.* 227 (1963) 1170.
- [Mizunuma 2005] S. Mizunuma. *Mater. Sci. Forum.* (2005) 503–504:185–190.
- [Mukai 2001] T. Mukai, M. Yamanoi, H. Watanabe, K. Higashi, *Scr. Mater.* 45 (2001) 89–94.
- [Muller 2006] S. Muller, K. Muller, M. Rosumek, W. Reimers. *Aluminium International Journal.* 82 (2006) 438.
- [Mwembela 1998] A. Mwembela, E. V. Konopleva. *Magnesium Alloys and Their Applications, Werkstoff-Informationsgesellschaft, Wolfsburg, Germany.* (1998) 215-222.
- [Natarajan 2016] A. R. Natarajan, E. L.S. Solomon, B. Puchala, E. A. Marquis, A. Van der Ven. *Acta Mater.*108 (2016) 367–379.

- [**Nayeb-Hashemi 1988**] A. A. Nayeb-Hashemi, J. B. Clark. ASM International, Materials Park, OH, 1988.
- [**Nie 2012**] J. F. Nie. Metall. Mater. Trans. A 43(2012) 3891–3939.
- [**Okamoto 2007**] H. Okamoto: J. Phase Equil. Diffusion. 2007, vol. 28, p. 405.
- [**Oliver 1992**] W. C Oliver, G. M Pharr. J. Mater. Res. Soc. 7 (1992) 1564–1583.
- [**Ozawa 1992**] T. Ozawa. Thermochim. Acta. 203 (1992) 159–65.
- [**Partridge 1967**] P. G. Partridge. Metall. Reviews. 12 (1967) 169–194.
- [**Peng 2009**] Q. Peng, L. L. Wang, Y. Wu. J. Alloys Compd. 469 (2009) 587–592.
- [**Pérez 2005**] M. T. Pérez-Prado, J. A. del Valle, O. A. Ruano. Materials Letters 59 (2005) 3299 – 3303.
- [**Pike 1973**] T. J. Pike, B. Noble. J. Less-Common Met. 30 (1973) 63–73.
- [**P-Prado 2004**] M. T. P-Prado, J. A. del Valle, J. M. Contreras, O.A. Ruano, Scr. Mater. 50 (2004) 661.
- [**Qiao 2014**] X. G. Qiao, Y. W. Zhao, W. M. Gan, Y. Chen, M. Y. Zheng, K. Wu, N. Gao, Marco J. Starink. Mater. Sci. Eng., A 619 (2014) 95–106.
- [**Rehr 2000**] J. J. Rehr, R. C. Albers, Rev. Mod. Phys. 72 (2000) p.621.
- [**Read 1953**] W. T. Read, Dislocations in Crystals, Mc Graw Hill, (1953).
- [**R-Hill 1973**] R. E. R-Hill. Physical Metallurgy Principles. Van Nostrand Reinhold Company, 2nd, 1973.
- [**Roe 1965**] R. J. Roe, J. Appl. Phys. 36 (1965) 2024.
- [**Riontino 2006**] G. Riontino, D. Lussana, M. Massazza. J. Therm. Anal. Calorim. 83 (3) (2006) 643e647.
- [**Rokhlin 1996**] L. L. Rokhlin, N. I. Nikitina. Met.Sci. Heat Treat. 38 (1996) 171–173.
- [**Rokhlin 2003**] L. L. Rokhlin. Magnesium alloys containing rare earth metals: structure and properties, volume 3 of Advances in metallic alloys. Taylor & Francis, London, 2003.
- [**Romero 2006**] M. Romero, J. Martin-marquez, J. Ma. Rincon. J. Eur. Cer. Soc. 26 (2006) 1647–1652.
- [**Rosenhain 1909**] W. Rosenhain, J. C. W. Humfrey. Proc Roy Soc. London. 83 (1909) 200–209.
- [**Rosochowski 2004**] A. Rosochowski, L. Olejnik, M. Richert. Metal Forming Technology for Producing Bulk Nanostructured Metals. Steel Grips. 2 (2004) 35–44.
- [**Ruer 1977**] D. Ruer, R. Baro, Adv. x-Ray Anal. 20 (1977) 187.

Références bibliographiques

- [Sadeghi 2008] A. R. Sadeghi, A. Akbarzadeh. Development of a Nanometric Microstructure in AZ31 Mg Alloy Sheets by ARB. MSc thesis, Sharif University of Technology-Iran. 2008.
- [Saito 1998] Y. Saito, N. Tsuji. H. Utsunomiya. T. Sakai, R. G. Hong. Scripta Mater. 39 (9) (1998) 1221–1227.
- [Saito 1999] Y. Saito, N. Tsuji. H. Utsunomiya. T. Sakai. Acta Mater. 47(2) (1999) 579–583.
- [Saito 2011] K. Saito, K. Hiraga. Mater. Trans. 52 (2011) 1860–1867.
- [Saito 2013] K. Saito, H. Kaneki. J. Alloys. Compd. 574 (2013) 283–289.
- [Sanaty-Zadeh 2015] A. Sanaty-Zadeh, A. A. Luob, D. S. Stone. Acta Mater. 94 (2015) 294–306
- [Sandlobes 2011] S. Sandlöbes, S. Zaefferer, I. Schestakow, S. Yi, R. Gonzalez-Martinez. Acta Mater. 59 (2011) 429–439.
- [Sanjari 2014] M. Sanjari, A. Farzadfar, A.S.H. Kabir, H. Utsunomiya, I.H. Jung, R. Petrov, L. Kestens, S. Yue. J. Mater. Sci. 49 (2014) 1408–1425.
- [Schumann 2003] S. Schumann, H. Friedrich. Mater. Sci. Forum. 419–422 (2003) 51–56.
- [Segal 1995] V. M. Segal. Mater. Sci. Eng., A. 170(2) (1995) 157–164.
- [Segal 2002] V. M. Segal. Mater. Sci. Eng., A. 338(1–2) (2002) 331–344.
- [Serre 2011] P. Serre, R. B. Figueiredo, N. Gao, T. G. Langdon. Mater. Sci. Eng. A 528 (2011) 3601–3608.
- [Setman 2008] D. Setman, E. Schafler, E. Korznikova, M. J. Zehetbauer. Mater. Sci. Eng. A. 493 (2008) 116–122.
- [Setman 2010] D. Setman, M. B. Kerber, E. Schafler, M. J. Zehetbauer, Metall. Mater. Trans. A. 41 (2010) 810–815.
- [Sha 2009] G. Sha, Y.B. Wang, X.Z. Liao, Z.C. Duan, S.P. Ringer, T.G. Langdon. Acta Mater. 57 (2009) 3123–3132.
- [Slimyanfard 2010] F. Salimyanfard, M. R. Toroghinejad, F. Ashrafizadeh, M., J. A. Szpunar. Mater. Sci. Eng., A. 527 (2010) 6260.
- [Slimyanfard 2011] F. Salimyanfard., M. R. Toroghinejad, F. Ashrafizadeh, M. Jafari, Mater. Sci. Eng., A. 528 (2011) 5348.
- [Solas 2001] D. E. Solas, C. N. Tome, O. Engler, H. R. Wenk. Acta Mater. 49 (2001) 3791–3801.

- [Solomon 2016] E. L. Solomon, E. A. Marquis. The structure of β'' and β' in an aged Mg-Nd alloy, in: A. Singh, K.N. Solanki, M.V. Manuel, N.R. Neelameggham (Eds.), Magnesium Technology 2016, TMS.
- [Stanford 1999] N. Stanford, M. Ferry. The fourth International Conference on Recrystallisation and Related Phenomena, Edited by T. Sakai and H. G Suzuki. (1999).
- [Stanford 2008] N. Stanford, M. Barnett. Mater Sci Eng., A. (2008); 496:399.
- [Stanford 2009] N. Stanford, S. Gang, A. Beer, S. Ringer, M.R. Barnett, in: Kainer, K.U. (Ed.), Proc. Eighth International Conference on Magnesium Alloys and their Applications, 2009, pp. 19–24.
- [Stanford 2010A] N. Stanford, I. Sabirov, G. Sha, A. L-Fontaine, S. P. Ringer, M. R. Barnett, Metall. Mater. Trans. A. 41 (2010) 734–743.
- [Stanford 2010B] N. Stanford. Mater. Sci. Eng., A. 527 (2010) 2669–2677.
- [Stern 1974] E. A. Stern, Phys. Rev. B. 10(1974) 3027–3037.
- [Straska 2014] J. Straska, M. Janecek, J. Cizek, J. Strasky, B. Hadzima. Mater. Charact. 94 (2014) 69–79.
- [Straumal 2015] B. B. Straumal, A. R. Kilmametov, Y. Ivanosenko, A. A. Mazilkin, O. A. Kogtenkova, L. Kurmanaeva, A. Korneva, P.Zieba, B. Baretzky. Int. J. Mater. Res. (106) (2015) 657–664.
- [Su 2008] C. W. Su, L. Lu, M. O. Lai. Philos. Mag. 88 (2008) 181–200.
- [Su 2016] C. Su, D. Li, T. Ying, L. Zhou, L. Li, X. Zeng. J. Alloys. Compd. 685 (2016) 114–121.
- [Suwas 2004] S. Suwas, A. Eberhardt, L.S. Tóth, J-J. Fundenberger, T.A Grosdidier. Mater. Sci. Forum. 467-470 (2004) 1325-1330.
- [Sviderskaya 1965] Z. A. Sviderskaya, L. L. Rokhlin. Magnesium Alloys Containing Neodymium, Nauka, Moscow, 1965 (in Russian).
- [Takahashi 2007] Y. Takahashi, T. Sanada, S. Sato, T. Okajima, K. Shinoda, S. Suzuki, Mater. Trans. 48 (2007) p.101.
- [Takahashi 2008] Y. Takahashi, T. Sanada, S. Sato, e-J. Surf. Sci. Nanotech. 6 (2008) p.38.
- [Tan 2003] J. C. Tan, M. J. Tan. Mater. Sci. Eng., A. 339 (2003) 124–132.
- [Teo 1986] B. K. Teo. EXAFS: Basic Principles and Data Analysis, Inorganic Chemistry Concepts, Vol. 9, Springer-Verlag, Berlin, 1986.
- [Tirsatine 2014] K. Tirsatine, H. Azzeddine, T. Baudin, A-L Helbert, F. Brisset, B. Alili, D. Bradai. J. Alloys. Compd. 610 (2014) 352–360.

- [**Todaka 2008**] Y. Todaka, M. Umemoto, A. Yamazaki, J. Sasaki, K. Tsuchiya. *Mater Trans.* (2008) 49:47.
- [**Tsuji 2003**] N. Tsuji, Y. Saito, S. H. Lee, Y. Minamino. *Adv. Eng. Mater.* 5 (2003) 338-344.
- [**Vadon 1981**] A. Vadon, Thèse de doctorat, Université de Metz, (1981).
- [**Valiev 1991**] R. Z. Valiev, N. A. Krasilnikov, N. K. Tsenev. *Mater. Sci. Eng., A.* 197 (1991) 35–40.
- [**Valiev 1993**] R. Z. Valiev, N. A. Krasilnikov, R. R. Mulyukov. *Mater. Sci. Eng., A.* 168 (2) (1993) 141–148.
- [**Valiev 1996**] R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, E. F. Rauch, B. Baudelet. *Acta. Mater.* 44 (1996) 4705.
- [**Valiev 1997**] R. Z. Valiev. *Mater. Sci. Eng., A.* 234–236 (1997) 59–66.
- [**Valiev 2000**] R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov. *Prog. Mater. Sci.* 45 (2) (2000) 103–189.
- [**Valiev 2006**] R. Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T. G. Langdon, M. J. Zehetbauer, Y. T. Zhu. *JOM.* 58(4) (2006) 33–39.
- [**Valle 2006**] J. A. D-Valle, F. Carreno, O. A. Ruano. *Acta. Mater.* 54 (2006) 4247–4259.
- [**Vinogradov 2004**] A. Vinogradov, Y. Suzuki, T. Ishida, K. Kitawaga, V. I. Kopylov. *Mater. Trans.* 45 (2004) 2187–2191.
- [**Vlaic 2004**] G. Vlaic L. Olivi. *Croatica Chemica Acta CCACAA.* 77 (3) (2004) 427-433.
- [**Vorhauer 2004**] A. Vorhauer, R. Pippan. *Scripta Mater.* (2004) 51:921
- [**Wang 1996**] J. Wang, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. W. Furukawa , M. Nemoto, R. Z. Valiev, T. G. Langdon. *Acta. Mater.* 44(7) (1996) 2973–2982.
- [**Wang 2003**] Y. N. Wang, J.C. Huang. *Materials Chemistry and Physics* 81 (2003) 11–26.
- [**Wang 2013**] L. Wang, Q. Qiao, Y. Liu, X. Song. *J. Magnes. Alloy.* 1 (2013) 312–317.
- [**Wassermann 1962**] Wassermann, J. Grewen. *Texturen Metallischer Werkstoffe*, Springer-Verlag, Berlin (1962).
- [**Wei 1996**] L. Y. Wei. *J. Mater. sci.* 31 (1996) 387–397.
- [**Wetscher 2004**] F. Wetscher, A. Vorhauer, R. Stock, A. Pippan. *Mater. Sci. Eng., A.* 809 (2004) 387–389.
- [**Wu 2014**] W. X. Wu, L. Jin, Z. Y . Zhang, W. J. Ding, J. Dong. *J. Alloys. Compd.* 585 (2014) 111–119.
- [**Xia 2013**] X. Xia, K. Zhang, X. Li, M. Ma, Y. Li. *Mater. Desi.* 44 (2013) 521–527.

- [Xiaohui 2013] L. Xiaohui. Enhanced Ductility of Mg Alloys Containing Rare Earth Elements. Thèse de doctorat. Université Aachen, RWTH, 2013.
- [Xin 2011] Y. Xin, M. Wang, Z. Zeng, G. Huang, Q. Liu. *Scr. Mater.* 64 (2011) 986–989.
- [Xin 2015] Y. C. Xin, H. Zhou, H. Yu, R. Hong, H. Zhang, Q. Liu. *Mater. Sci. Eng. A.*, 622 (2015) 178–183.
- [Xu 2007] D. K. Xu, L. Liu, Y. B. Xu, E. H. Han. *Mater. Sci. Eng., A.* 443 (2007) 248–256.
- [Xu 2008] C. Xu, Z. Horita, T. Glangdon. *Acta Mater.* 56 (2008) 5168.
- [Xu 2009] S. W. Xu, S. Kamado, N. Matsumoto, T. Honma, and Y. Kojima. *Mater. Sci. Eng., A*, 527 (2009) 52–60.
- [Yan 2011] H. Yan, R. S. Chen, E. H. Han. *Mater. Charact.* 62 (2011) 321–326.
- [Yan 2011A] H. Yan, S. W. Xu , R. S. Chen, S. Kamado, T. Honma, E. H. Han. *Scripta Mater.* 64 (2011) 141.
- [Yang 2004] X. Yang, H. Miura, T. Sakai. *Mater. Sci. Forum.* 467–470 (2004) 531–536.
- [Yang 2011] L. Yang, Y. Huang, Q. Peng, F. Feyerabend, K. U. Kainer, R. Willumeit, et al. *Mater. Sci. Eng. B. Solid-State Mater. Adv. Technol.* 176 (2011) 1827–1834.
- [Yang 2011A] H. J. Yang, X. H. An, X. H. Shao, X. M. Yang, S. X. Li, S. D. Wu, Z. F. Zhang. *Mater. Sci. Eng., A.* 528 (2011) 4300–4311.
- [Yue 2010] Y. X. yue, Z. Ya-kun, H. Miura, T. Sakai. *Trans. of Nonferrous Met. Soc. China.* 20 (2010) 1269–1274.
- [Zakharov 2003] V. V. Zakharov. *Metal. Sci. Heat Treat.* 45 (2003) 49–54.
- [Zang 2010] J. Zhang, X. Zhang, W. Li, F. Pan, Z. Guo. *Scr. Mater.* 63 (2010) 367–370.
- [Zehetbauer 2006] M. J. Zehetbauer, G. Steiner, E. Schafner, A. Korznikov, E. Korznikova. *Mater. Sci. Forum.* 503-504 (2006) 57–64.
- [Zhang 2008] Y. Zhang, J. T. Wang, C. Cheng and J. Liu. *J. Mater. Sci.* 43 (2008) 7326–7330.
- [Zhang 2011] X. Zhang, C. Tang, Y. Deng, L. Yang. *Mater. Des.* 32 (2011) 4994–4998.
- [Zhang 2013] N. Zhang, M. Kawasaki, Y. Huang, T. G. Langdon. *J. Mater.* 48 (2013) 4582.
- [Zhao 2011] H. Zhao, P. J. Li, L. J. He. *Int. J. Minerals, Metall. Mater.* 18 (2011) 570–575.
- [Zhilyaev 2003] A. P. Zhilyaev, G. V. Nurislamova, B-K. Kim, M.D. Baro, J. A. Szpunar, T. G. Langdon. *Acta Mater.* 51(2003) 753.
- [Zhilyaev 2008] A. P. Zhilyaev, T. G. Langdon. *Prog. Mater. Sci.* 53 (2008) 893–979.

Références bibliographiques

[Zhu 2014] T. Zhu, J. Sun, C. Cui, R. Wu, S. Betsofen, Z. Leng, J. Zhang, M. Zhang. Mater. Sci. Eng., A. 600 (2014) 1–7.

[Zhu 2005] K. Y. Zhu, D. Chaubet, B. Bacroix, F. Brisset. Acta Mater. 2005;53:5131.

[Zong 2012] Y. Zong, G. Yuan, X. Zhang, L. Mao, J. Niu, W. Ding. Mater. Sci. Eng., B Solid-State Mater. Adv. Technol. 177 (2012) 395–401.