

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

UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA

FACULTE DES SCIENCES
DEPARTEMENT PHYSIQUE
N° :Ph/MAT/22/2020



DOMAINE : Sciences de la matière
FILIERE : Physique
OPTION : Physique des Matériaux

**Mémoire présenté pour l'obtention
Du diplôme de Master Académique**

Par: YAHIAOUI Fatima Zohra

Intitulé

**Cinétique de la recristallisation de l'alliage AZ31
après déformation par laminage**

Soutenu le 29 /09 /2020 devant le jury composé de:

FETAH Sabah	Université de M'sila	Présidente
AZZEDDINE Hiba	Université de M'sila	Rapporteuse
MEZAHY Fatima Zohra	Université de M'sila	Examinatrice

Année universitaire : 2019/2020

Remerciements

Tout d'abord, remercie Dieu tout puissant qui, m'a éclairée vers le droit chemin.

Je tiens à remercier sincèrement **Dr.Hiba AZZEDDINE** et je tiens à lui exprimer ma profonde gratitude pour m'avoir apporté cette contribution scientifique et humanitaire.

C'est un honneur pour moi que le **Dr.SabahFETAH** ait accepté d'être présidente du jury.

Je remercie vivement le **Dr.Fatima Zohra MEZAH** d'avoir répondu positivement à la demande de juger ce travail.

Je suis profondément reconnaissant au **Pr. BRADAI Djamel** chef de l'équipe « Transformation de phases, Microstructure et texture », Faculté de Physique, USTHB à Alger pour la réalisation de la mise en forme par laminage de l'alliage AZ31.

Mes vifs remerciements vont également à **Abdelkader HANNA** pour sa disponibilité et m'avoir aidée. Ses conseils m'ont été de tout temps fort précieux.

Je tiens à témoigner ma gratitude particulièrement à **SalahSAADI** pour l'aide qu'il m'a apporté tout au long du travail au sein de « Laboratoire de physique et chimie des matériaux ».

Dédicace

Jedédie cemémoire à :

A ceux que je porte dans mon cœur pour l'éternité:

Je vous écris ce petit mot aujourd'hui,

Pour vous dire un Grand Merci

Ma MERE et mon PERE

Vous m'avez appris la vie,

Grâce à vous on en sourit.

Vous m'avez montré le bonheur,

Et avez consolé mes peurs.

A ceux qui m'ont entouré et soutenu

Ma sœur Meriême, mes frères

Mes amies Chahra, Chaima et Ahlame

Et à tous ceux que j'aime.

Fatima zohra



Sommaire

Introduction générale	1
Chapitre I : Considérations générales et aspects théoriques	
Partie 1 : Procédés de déformation et mécanismes de déformation des matériaux à structure hexagonale	
Introduction.....	3
I.A.1. Différentes techniques de déformation plastique conventionnelle.....	3
I.A.1.a. Laminage.....	3
I.A.1.b. Compression uniaxiale.....	3
I.A.2.Mécanismes et modes de déformation dans les matériaux HCP.....	4
I.A.2.1 Dislocations et mécanismes associés.....	4
I.A.2.1.a Dislocation coin.....	4
I.A.2.1.b Dislocation vis	5
I.A.2.1.c Systèmes de glissement dans les matériaux HCP.....	5
I.A.3. Maclage	7
I.A.3.a Type de maclage dans les matériaux HCP.....	7
I.A.4. Différents facteurs influent sur l'activation de mécanismes de déformation dans HCP...9	
I.A.5. Microstructures des alliages HCP déformés plastiquement	10
Partie 2 :Evolution microstructurale et phénomène de la recristallisation après déformation plastique des matériaux HCP	
Introduction.....	12
I.B.1 Phénomène de recristallisation.....	12
I.B.1.1 Restauration	12
I.B.1.2 Recristallisation	12
I.B.2 Croissance des grains	13
I.B.4 Cinétique de la recristallisation.....	15
Références	16
Chapitre II : Techniques expérimentales	
II.1 Présentation de l'alliage étudié.....	18
II.2 Déformation plastique par laminage	18
II.3 Traitement thermique de recristallisation	19
II.4 Préparation des échantillons pour caractériser la microstructure	19
II.5 Techniques de caractérisation	21
II.5.1 Microscope optique	21
II.5.2 Microdureté Vickers	21
Chapitre III : Résultats et discussion	
III.1. Evolution de la microstructure	23
III.2. Evolution des propriétés mécaniques (microdureté Vickers)	26
III. 3. Cinétique de la recristallisation statique	27
Références	28
Conclusion générale	30

Introduction générale

Les alliages de magnésium alliés à l'aluminium sont utilisés comme matériaux légers dans l'aérospatiale et l'automobile en raison de leur faible densité parmi tous les matériaux structuraux courants ($\rho_{Mg} = 1.73 \text{ g cm}^{-3}$, $\rho_{Al} = 2.69 \text{ g cm}^{-3}$) [1]. Cependant, l'utilisation des alliages de magnésium comme matériaux de structure est quelque peu limitée par rapport aux alliages d'aluminium en raison de leur faible formabilité à la température ambiante en raison de la structure cristalline hexagonale compact (HCP)[2].

La modification de la microstructure des alliages à base de Mg par traitement thermomécanique est considérée comme un moyen efficace pour améliorer considérablement leur formabilité en réduisant l'anisotropie mécanique. Habituellement, ceci est obtenu en favorisant l'activation des modes de glissement non basaux, en contrôlant l'activation du maillage mécanique et l'occurrence du processus de recristallisation dynamique [3–7].

En outre, la microstructure d'un alliage déformé est instable en raison de la présence des défauts telles que les dislocations et ne peut donc pas être utilisé comme produit final. Par conséquent, le traitement de recuit post-déformation des alliages est souvent effectué pour atteindre un état plus stable par recristallisation statique et des phénomènes de croissance des grains[8].

L'objectif de ce présent travail est l'étude de la cinétique de la recristallisation statique et croissance des grains dans l'alliage AZ31 (Mg-3Al-1Zn, % en pds) après laminage à chaud à 360 °C jusqu'à 70% de taux de réduction et recuit à 150 °C pour des temps compris entre 5 minute et 24 heures.

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

Le premier chapitre qui se subdivise en deux parties présentant les considérations générales sur les déformations, les mécanismes de déformation et la recristallisation des alliages à base de magnésium. Le deuxième chapitre présente l'alliage étudié (AZ31), le procédé de déformation plastique par laminage, traitement thermique et recuit et techniques de caractérisation de la microstructure. Le troisième chapitre consigne l'ensemble des résultats obtenus et leurs discussions. En fin, une conclusion contient les résultats les plus importantes.

Références

[1] J. Hirsch, T. Al-Samman, Superior light metals by texture engineering: optimized aluminum and magnesium alloys for automotive applications, *Acta Mater.* 61(2013) 818–843.

- [2] H. Azzeddine, D. Bradai, On the texture and grain growth in hot-deformed and annealed WE54 alloy, *International Journal of Materials Research*, 103 (2012) 1351-1360.
- [3] M.R. Barnett, Influence of deformation conditions and texture on the high temperature flow stress of magnesium AZ31, *Journal of Light Metals*, 1 (2001) 167-177.
- [4] T. Al-Samman, G. Gottstein, Dynamic recrystallization during high temperature deformation of magnesium, *Materials Science and Engineering: A*, 490 (2008) 411-420.
- [5] H. Azzeddine, D. Bradai, On some aspects of compressive properties and serrated flow in Mg-Y-Nd-Zr alloy, *Journal of Rare Earths*, 31 (2013) 804-810.
- [6] D. Elfiad, Y.I. Bourezg, H. Azzeddine, D. Bradai, Investigation of texture, microstructure, and mechanical properties of a magnesium–lanthanum alloy after thermo-mechanical processing, *International Journal of Materials Research*, 107 (2016) 315-323.
- [7] A. Hanna, H. Azzeddine, R. Lachhab, T. Baudin, A.-L. Helbert, F. Brisset, Y. Huang, D. Bradai, T.G. Langdon, Evaluating the textural and mechanical properties of an Mg-Dy alloy processed by high-pressure torsion, *Journal of Alloys and Compounds*, 778 (2019) 61-71.
- [8] F.J. Humphreys, M. Hatherly, Chapter 7 - Recrystallization of Single-Phase Alloys, in: F.J. Humphreys, M. Hatherly (Eds.) *Recrystallization and Related Annealing Phenomena* (Second Edition), Elsevier, Oxford, 2004, pp. 215-IV.

Chapitre I

Considérations générales et aspects théoriques

\

Partie A
Procédés de déformation et mécanismes
de déformation des matériaux à
structure hexagonale

Introduction

Lorsqu'un matériau polycristallin est soumis à l'action d'une contrainte mécanique extérieure, une déformation plastique se produit. Celle-ci est générée principalement par un mécanisme de glissement des dislocations sur des plans cristallins précis et/ou par un maillage mécanique.

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

I.A.1. Différentes techniques de déformation plastique conventionnelles

Il y a une grande variété de type de déformation plastique dans l'industrie telles que l'extrusion, tréfilage forgeage et laminage. Dans ce mémoire on va citer le laminage et la compression uniaxiale.

I.A.1.a. Laminage

Le laminage est une opération de mise en forme par déformation plastique. Cette déformation est obtenue par compression continue au passage entre deux cylindres contrarotatifs (tournant en sens inverse l'un de l'autre) appelés « laminoir », et a pour but de réduire l'épaisseur du matériau et l'obtention des produits plats (Figure I.A.1).

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

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

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

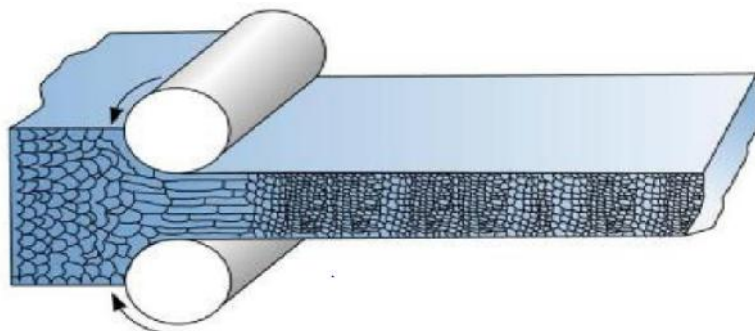


Figure I.A.1 : Schéma de l'opération de laminage.

I.A.1.b. Compression uniaxiale

La compression uniaxiale consiste à comprimer un échantillon de forme cylindrique entre deux plateaux parallèles d'une presse rigide. L'axe du cylindre est orthogonal aux

plateaux (Figure 1.A.2). Il consiste à imposer une vitesse constante de déformation longitudinale et à mesurer la force axiale appliquée à l'éprouvette.

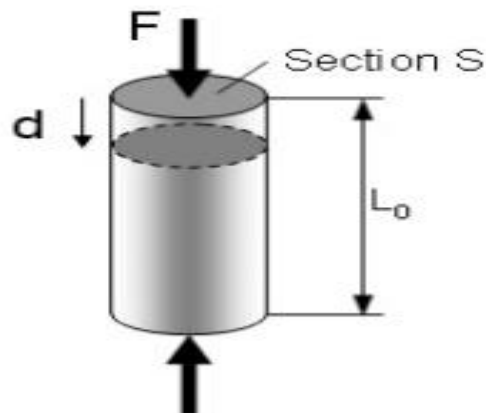


Figure I.A.2: Schéma de compression uniaxiale.

I.A.2 Mécanismes et modes de déformation dans les matériaux HCP

I.A.2.1 Dislocations et mécanismes associés

On appelle dislocations les défauts linéaires du réseau cristallin qui, en se déplaçant, sont à l'origine de la déformation plastique du matériau. Chaque dislocation est caractérisée par son vecteur de Burgers, dont la définition est liée à celle du circuit de Burgers entourant la ligne de dislocation.

Il existe deux types de dislocations droites : les dislocations coin ("edge") et les dislocations vis ("screw").

I.A.2.1.a Dislocation coin

Géométriquement, la dislocation coin peut être comprise comme résultant de l'introduction d'un demi plan atomique à l'intérieur d'un cristal parfait. L'emplacement de la dislocation est défini comme la limite de ce demi plan supplémentaire dans le cristal par ailleurs parfait (symbole \perp , voir schéma ci-dessous).

La déformation est identique à celle créée en introduisant un plan supplémentaire d'atomes à la partie supérieure du cristal. Les atomes du demi-cristal supérieur sont comprimés, les autres sont dilatés.

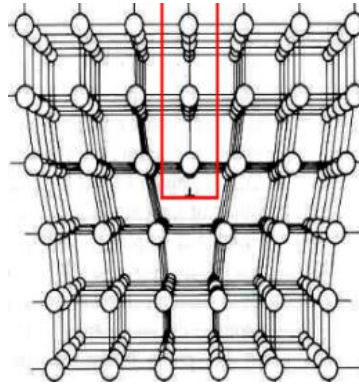


Figure I.A.3: Structure d'une dislocation coin [1].

I.A.2.1.b Dislocation vis

Il est possible de représenter une dislocation vis en imaginant que l'on fait une entaille dans le cristal et que l'on fait glisser l'un des bords de cette entaille par rapport à l'autre d'une distance interatomique. Une dislocation vis transforme les plans atomiques successifs en une surface hélicoïdale, d'où son nom (voir schéma ci-dessous).

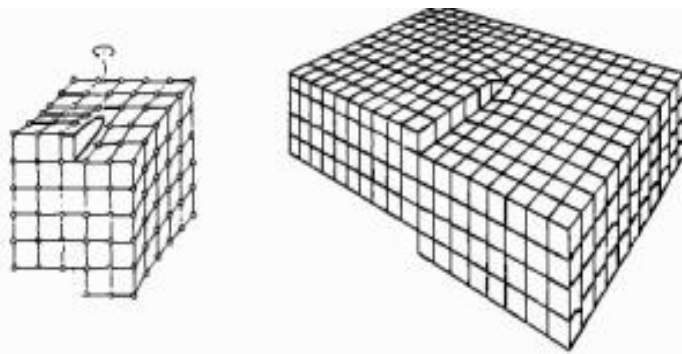


Figure I.A.4: Structure d'une dislocation vis [1].

I.A.2.1.c Systèmes de glissement dans les matériaux HCP

Un système de glissement est défini par un plan de glissement (repéré par sa normale unitaire) et par une direction de glissement contenue dans ce plan. Le tableau I.A.1 ci-dessous, présente les différentes familles de système de glissement opérant dans les structures hexagonales.

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

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

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 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ($\langle a \rangle$) (voir Figure I.A.5), 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 $\langle 11\bar{2}3 \rangle$ ($\langle c+a \rangle$) ce qui permet au matériau de relaxer la déformation imposée à travers l'axe c et il permet au matériau de se déformer dans toutes les directions.

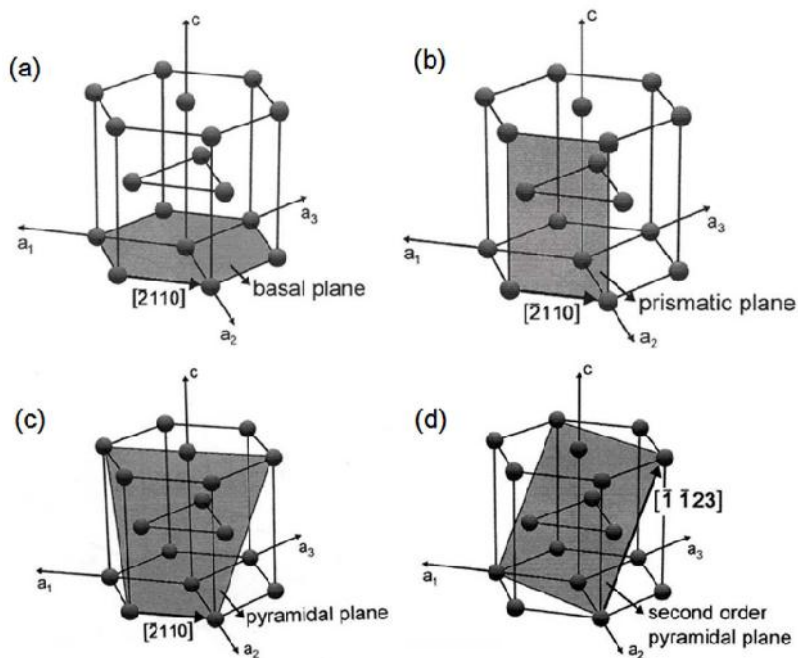


Figure I.A.5 : Représentation des différents modes de déformation dans les systèmes à base de Magnésium : a) glissement basal (0001) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$, b) glissement prismatique $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$, c) glissement pyramidal $\{10\bar{1}1\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ et d) glissement pyramidal $\{11\bar{2}2\}\langle 11\bar{2}3 \rangle$.

I.A.3. Maclage

Le maclage est une déformation de cisaillement dans laquelle une partie du cristal se transforme en une orientation avec une symétrie miroir par rapport à la partie non déformée du cristal (la matrice). La direction dans laquelle le mouvement des atomes se fait est appelée direction de maclage, et le plan commun entre la matrice et la macle est appelée plan de maclage (voir Figure I.A.6).

Le taux de cisaillement induit est donné par la géométrie du système de maclage (plan et direction cristallographique de maclage) dans la maille cristalline.

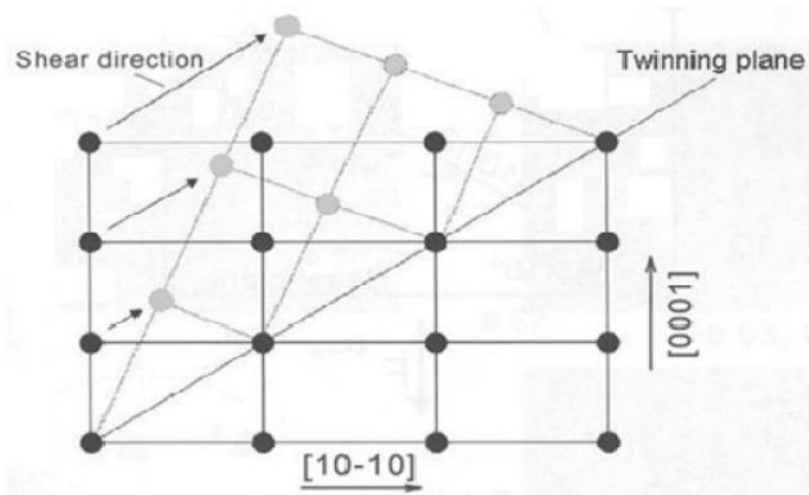


Figure I.A.6: Représentation du maclage dans le système hexagonal. Les cercles noirs représentent les positions des atomes avant le maclage et les cercles gris représentent les positions des atomes après le maclage [2].

Le maclage provoque une réorientation du réseau cristallin, ce qui peut alors faciliter le glissement cristallographique. Le maclage pourra orienter les systèmes de glissement de façon à rendre le glissement cristallographique plus propice. Cependant, en subdivisant les grains, le maclage augmente la densité d'obstacles s'opposant au passage des dislocations. Il entraîne ainsi un durcissement par écrouissage.

I.A.3.a Type de maclage dans les matériaux HCP

- 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. La Figure I.A.7 montre un schéma du maclage de tension dans le magnésium. Le mouvement de l'atome I de sa position initiale à la position de maclage T va causer un rallongement dans la direction de

la force appliquée. Donc, le maillage de tension est favorable quand il y a une composante de contrainte d'extension parallèle à l'axe c ou quand une contraction est appliquée perpendiculairement à l'axe c .

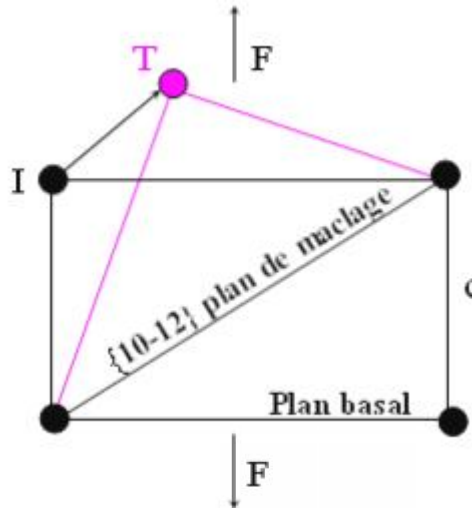


Figure I.A.7: Maillage de tension $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$ dans le système Magnésium.

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

Elle s'appelle aussi maclé de contraction, ce système de maillage est compris dans les plans $\{10\bar{1}1\}$ et $\{10\bar{1}3\}$, Il est activé quand il y a une contrainte de contraction parallèle à l'axe c et ou quand une extension est appliquée perpendiculairement à l'axe c comme le montre la Figure I.A.8, dans le cas du magnésium, le maillage de compression $\{10\bar{1}1\}\langle 10\bar{1}2\rangle$ va causer une contraction dans la direction de la force de compression F appliquée.

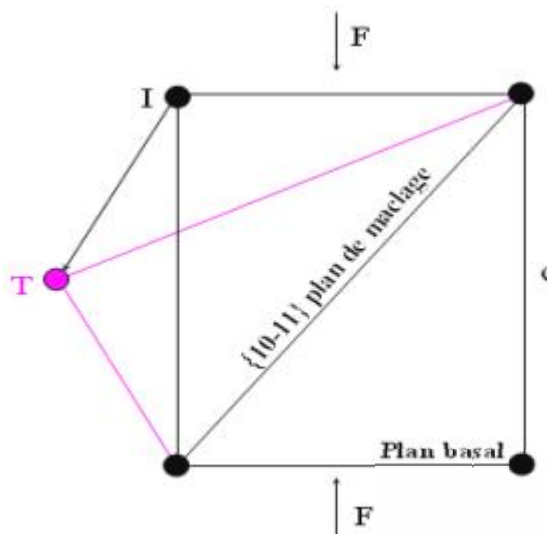


Figure I.A.8: Maillage de compression $\{10\bar{1}1\}\langle 10\bar{1}2\rangle$ dans le magnésium.

En plus du maillage primaire, un maillage secondaire peut avoir lieu au sein du maillage primaire réorienté. Il est appelé aussi double maillage. Généralement le maillage de contraction $\{10\bar{1}1\}$ ou $\{10\bar{1}3\}$ se forme en premier, après c'est le maillage d'extension $\{10\bar{1}2\}$ qui se propage au sein de la macle de contraction originale.

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

Tableau I.A.2 : Désorientations entre la matrice et les macles primaires et secondaires généralement observés dans Mg.

Type de macle	Angle /axe de désorientation
$\{10\bar{1}1\}$ e macl I1;	$56^\circ < 1\bar{1}0 \rangle$ lésorie $\bar{2}10 \rangle$
$\{10\bar{1}3\}$ e macl I1; I2;	$86^\circ < 1\bar{1}0 \rangle$ lésorie $\bar{2}10 \rangle$ $\bar{2}10 \rangle$
$\{10\bar{1}2\}$ e macl I1; I2; I3;	$64^\circ < 1\bar{1}0 \rangle$ lésorie $\bar{2}10 \rangle$ $\bar{2}10 \rangle$ $\bar{2}10 \rangle$
$\{10\bar{1}2\}$ e macl I1;-I1 I2; I1;-I1 I2;	$38^\circ < 1\bar{1}0 \rangle$ lésorie $\bar{2}10 \rangle$ $\bar{2}10 \rangle$ $\bar{2}10 \rangle$
$\{10\bar{1}3\}$ e macl I1;-I1 I2; I1;-I1 I2;	$22^\circ < 1\bar{1}0 \rangle$ lésorie $\bar{2}10 \rangle$ $\bar{2}10 \rangle$ $\bar{2}10 \rangle$

I.A.4. Différents facteurs influant sur l'activation de mécanismes de déformation dans HCP

Il existe plusieurs facteurs qui peuvent influencer sur l'activation des systèmes de glissement et de maillage dans les matériaux à structure hexagonale :

- **Effet de la taille des grains :** l'activation du maillage devient plus difficile quand la taille des grains diminue.
- **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 scission résolue critique (CRSS) du glissement basal dans le Mg pur est entre 0.45-0.81 MPa, alors que dans l'alliage Mg-3Al-1Zn (% en pds), elle devient plus grande 10-45 MPa[3].
- **Effet de la température :** Barnett [4] a résumé l'influence de la température sur les valeurs CRSS des différents systèmes de déformation pour le magnésium. 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.

- **Effet de la texture initiale:** Il a été constaté que l'activation de certains systèmes de glissements ainsi que l'activation du maillage exigent certaines orientations des grains que d'autres. Al-Samman[5] a fait une étude comparative sur l'évolution de la texture après déformation par compression plane (PSC), avec des échantillons ayant des orientations différentes (différentes textures initiales). Il a trouvé que le glissement prismatique a lieu quand l'axe c est parallèle à la direction transversale, alors que le glissement pyramidal est le système dominant quand l'axe c est parallèle à la direction de laminage.
- **Effet du rapport c/a :** A faible température les matériaux hcp se déforment par le glissement basal si le rapport c/a est proche ou dépasse la valeur idéale (1.633), comme dans le Magnésium ($c/a \approx 1.624$) et le Zinc ($c/a = 1.85$). Les matériaux ayant une valeur inférieure à la valeur idéale se déforment par les glissements prismatiques et/ou pyramidaux.

I.A.5. Microstructures des alliages HCP 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 maillage 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 [6, 7]. 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 Figure I.A.9)

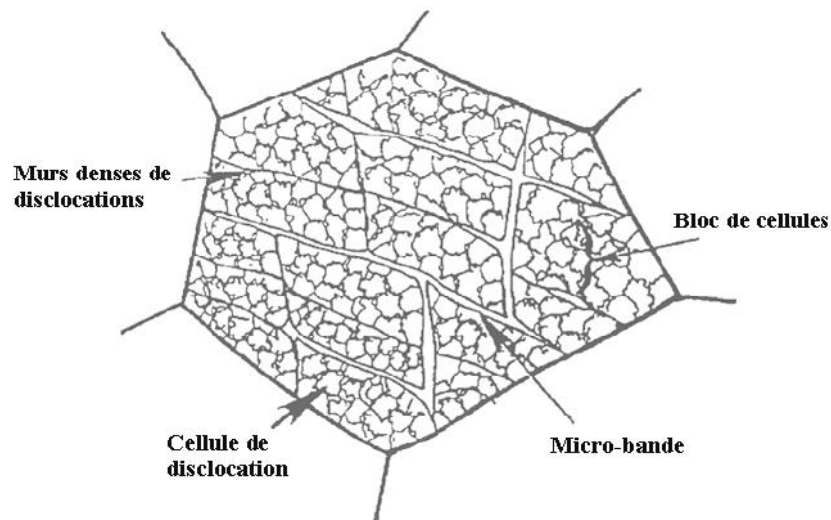


Figure I.A.9: Blocs de cellules et murs denses de dislocations[8].

Lorsque le taux de déformation augmente, les parois des cellules s'affinent pour former des sous-joints (voir Figure I.A.9). Cette transformation est accompagnée par une diminution de la taille des cellules [9]. Les joints de blocs des cellules sont identifiés comme étant des murs denses de dislocations (Dense Dislocations Walls DDW)[10]. Ces DDW se développent en bandes caractéristiques de dislocations, pouvant être des microbandes, des bandes de cisaillement ou encore des bandes de transition.

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

PARTIE B

Evolution microstructurale et phénomène de la recristallisation après déformation plastique des matériaux HCP

Introduction

Nous rappelons que la déformation du matériau quel que soit à chaud ou à froid entraîne une augmentation de la densité de dislocation, ainsi l'énergie stockée augmente. La quantité de l'énergie stockée dans le matériau déformé dépend de plusieurs paramètres. Par exemple, il y a les conditions de déformation (type de déformation, vitesse, taux de déformation, température...etc.), composition chimique du matériau et les transformations de phases telles que la précipitation. Lorsque la température est suffisante, cette énergie devient une force motrice pour la restauration puis pour la recristallisation en provoquant une réorganisation de la structure des grains. 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.B.1 Phénomène de recristallisation

Les transformations de phases (la recristallisation par exemple) par définition sont des réactions qui s'accompagnent d'une modification très nécessaire dans la nature ou/et le nombre de phases existantes dans la microstructure du matériau. Pendant 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 non stables.

I.B.1.1 Restauration

La restauration est caractérisée par annihilation des dislocations et des réarrangements dans des sous-joints qui permettent de restaurer en partie les propriétés physiques et mécaniques sans aucune modification apparente de la microstructure. Pour ça, elle est généralement indirectement étudiée en suivant par exemple l'évolution de la résistivité et/ou microdureté en fonction du temps de maintien.

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.B.1.2 Recristallisation

La recristallisation est un processus par lequel les grains déformés sont remplacés par un nouvel groupe de grains non déformés qui se développent jusqu'à ce que les grains d'origine aient été entièrement consommés. La recristallisation est accompagnée généralement

d'une réduction de la dureté du matériau et d'une augmentation simultanée de la ductilité [11]. La Figure I.B.1 résume schématiquement les différents processus de restauration et recristallisation.

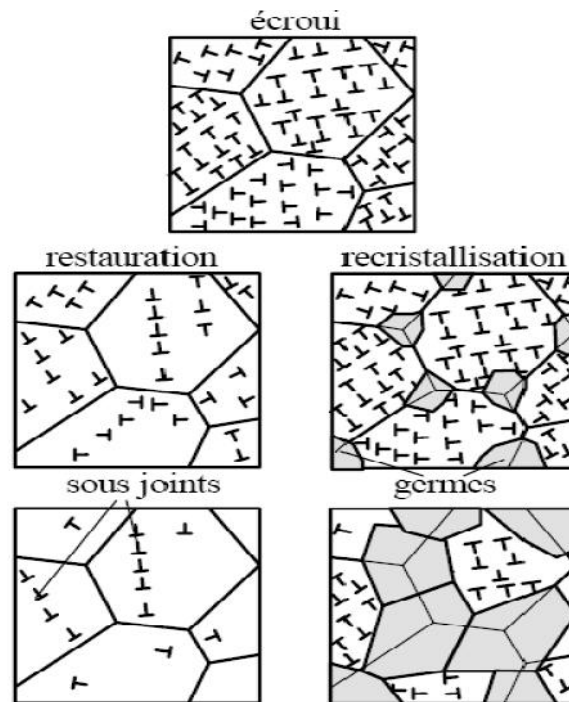


Figure I.B.1: Différentes étapes de la restauration et la recristallisation [11].

Selon l'ordre du processus de recristallisation, durant ou après l'opération de mise en forme, on distingue deux types : dynamique et statique.

- **Recristallisation dynamique**

Pendant la déformation à chaud, la recristallisation dynamique peut avoir lieu au cours la déformation. Au cours de la recristallisation dynamique les germes se développent rapidement, mais la déformation simultanée augmente régulièrement la densité de dislocations dans les grains croissants, de sorte que la force motrice pour la migration des joints de grains est progressivement réduite. Les nouveaux grains atteignent une taille limite et ensuite cessent de croître et un nouveau cycle de germination commence.

- **Recristallisation statique**

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

I.B.2 Croissance des grains

Il existe également deux classes de croissance des grains qui sont : la croissance normale et la croissance anormale (appelée aussi recristallisation secondaire).

- Croissance normale

Lorsque la recristallisation primaire est complète la microstructure ne se trouve pas encore complètement dans son état d'équilibre et les grains recristallisés continuent à croître sous l'effet de la température.

La cinétique de la croissance normale des grains sous des conditions de recuit isotherme est exprimée par la relation suivante [12] :

$$d^n = d_R^n + kt \quad (2)$$

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 il n'y a pas de l'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.

- Croissance anormale

Lors 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.B.2 illustrée schématiquement les deux classes de croissance normale et anormale.

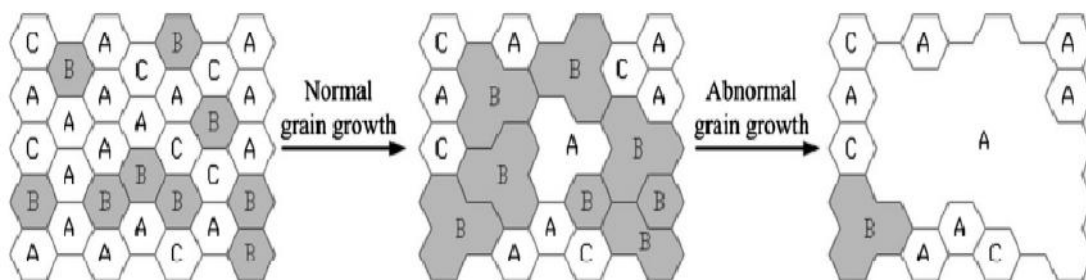


Figure I.B.2 : Illustration schématique de croissance normale et anormale des grains recristallisés [13].

Wu *et al.* [13] ont examiné l'évolution de la microstructure et de texture de l'alliage Mg-1Gd (% en pds.) extrudé à 350°C et recuit à une température 500°C pour différents temps de 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 $D \leq 40 \mu m$, alors qu'à $t \geq 80 \text{ min}$ les grains se croissent de façon anormale avec une taille de grain $D > 200 \mu m$.

I.B.4 Cinétique de la recristallisation

La cinétique isotherme des transformations de phases à l'état solide qui procèdent par les mécanismes de germination et croissance obéit généralement à une loi empirique de transformation proposée par Johnson-Mehl-Avrami[14].

C'est une équation qui permet de calculer le degré d'avancement de la transformation de phases (la fraction volumique transformée X) en fonction du temps t [14]:

$$X=1-\exp(-k t)^n \quad (3)$$

Où n est une grandeur sans dimension, appelé *exposant d'Avrami*, dépend du processus de germination et de croissance et k est un paramètre qui varie avec la température.

L'équation (3) donne dans le diagramme (X, t) une courbe de forme caractéristique dite sigmoïdale où la fraction de la phase transformée, X , varie entre 0 et 1 (Figure I.B.3). Ce type de courbe met en évidence trois stades:

- Le premier est appelé temps d'incubation. Son extension dépend bien évidemment de la sensibilité de la méthode d'observation ou de mesure. Sa durée diminue généralement quand la température augmente.
- Le deuxième correspond à un régime en t^n caractéristique de la cinétique et des mécanismes contrôlant la transformation.
- Le troisième est lié à un ralentissement dû à l'interférence des champs de diffusion autour des particules ainsi qu'à la coalescence de celles-ci.

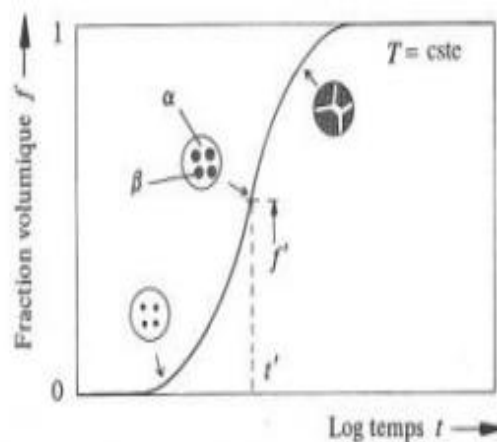


Figure.I.B.3 :variation isotherme de la fraction volumique f de la phase transformée en fonction de logarithme du temps t [14].

Les paramètres n et k sont en général empiriques qui donnent une description précise de la cinétique isotherme des transformations. Les valeurs de l'exposant n en fonction des différents types de transformations de phases peuvent être trouvées dans la littérature.

La linéarisation de l'équation (3), nous permet, facilement, de déduire les coefficients n et k .

$$\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-X}\right)\right) = n \ln(t) + n \ln(k) \quad (4)$$

La valeur de n est calculée à partir de la pente et celle de k à l'aide du point de rencontre avec l'axe de $\ln(t)$.

La détermination de la cinétique de la recristallisation peut se faire indirectement, c'est-à-dire suivre la variation d'une propriété physique comme la dureté, puisqu'un changement de phase s'accompagne toujours par des variations dans les propriétés physiques. On peut supposer qu'il existe une relation linéaire entre la grandeur de la propriété observée et la fraction volumique transformée X de la recristallisation.

La fraction transformée peut être évaluée par la relation suivante :

$$X(t) = \frac{P(t) - P_i}{P_f - P_i} \quad (5)$$

Où P_i est la propriété physique du système à l'état initial, P_f est la même propriété une fois la transformation est achevée et $P(t)$ est la variation de cette propriété en fonction du temps de recuit.

Références

- [1] P. Lours, "Science des Matériaux", <http://nte.mines-albi.fr/SciMat/co/SM3uc2-2.html> (2010).
- [2] G. Gottstein. Physical Foundations of Materials Science. Springer, 2004.
- [3] A. Mwembela, E. V. Konopleva. Magnesium Alloys and Their Applications, Werkstoff-Informationsgesellschaft, Wolfsburg, Germany. (1998) 215-222.
- [4] M. R. Barnett. A Taylor model based description of the proof stress of magnesium AZ31 during hot working. Metall. Mater. Trans. A. 34 (2003) 1799–806.
- [5] T. Al-Samman. Comparative study of the deformation behavior of hexagonal magnesium–lithium alloys and a conventional magnesium AZ31 alloy. Acta Mater. 57 (2009) 2229–2242.

- [6] D. A. Hughes, N. Hansen. Microstructural evolution in nickel during rolling and torsion. *Mater. Sci. Technol.* 7 (1991) 544-553.
- [7] 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.
- [8] D. A. Hughes, N. Hansen. High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms. *Acta Mater.* 45 (1997) 3871-3886.
- [9] M. Hatherly, A.S. Malin. Deformation of copper and low stacking-fault energy, copperbase alloys. *Metals Tech.* 6 (1979) 308–319.
- [10] N. Hansen. Cold deformation microstructures. *Mater. Sci. Technol.* 6 (1990) 1039-1047.
- [11] R. D. Doherty, D. A. Hughes, F. J. Humphreys, J. J. Jonas, D. J. Jensen, M. E. Kassner, W. E. King, T. R. McNelley, H. J. McQueen, A. D. Rollett. Current issues in recrystallization: A review. *Mater. Sci. Eng., A.* 238 (1997) 219–274.
- [12] J. Haiou, L. Jian, S. Fumi, S. Saimoto. On Parameters Related to Continuous and Discontinuous Recrystallization and Subsequent Grain Growth. *Mat. Sci. Forum.* 331-337 (2000) 745-750.
- [13] W. X. Wu, L. Jin, Z. Y. Zhang, W. J. Ding, J. Dong. Grain growth and texture evolution during annealing in an indirect-extruded Mg–1Gd alloy. *J. Alloys. Compd.* 585 (2014) 111–119.
- [14] J.P. Mercier, G. Zambelli, W. Kurz, *Introduction à la science des matériaux*) presses polytechniques, 3^{ème} édition, (2002) 273.

Chapitre II

Techniques expérimentales

II.1 Présentation de l'alliage étudié

Dans ce travail, nous avons travaillé sur l'alliage AZ31 sous forme de tôle de 2.2 mm d'épaisseur (Figure II.1) aimablement fourni par Innovations Magic-magnésium Center, Allemagne. La composition chimique de l'alliage AZ31 (% en pds.) est indiquée dans le tableau II.1.



Figure II.1: Photographie de la tôle de l'alliage AZ31 (Mg-3Al-1Zn (%pds.)).

Tableau II.1: Composition chimique de l'alliage AZ31.

Al	Zn	Mn	Si	Fe	Cu	Mg
3.45	0.98	0.28	0.002	0.004	0.002	balance

II.2 Déformation plastique par laminage

L'alliage AZ31 a subi une déformation plastique par laminage respectivement à chaud à 360 °C jusqu'à 70% de réduction d'épaisseur (Figure II.2). Entre les passes, l'échantillon a été réchauffé au four pendant 10 minutes pour stabiliser la température de laminage. Après le laminage, l'échantillon a été trempé directement à l'eau.

La mise en forme par laminage a été effectuée chez Pr. Bradai Djamel chef d'équipe de l'équipe « Transformation de phases, Microstructure et texture », Faculté de Physique, USTHB, Alger.



Figure II.2:L'alliage AZ31 après le laminage à chaud jusqu'à 70% de réduction d'épaisseur.

II.3 Traitement thermique de recristallisation

Des échantillons carrés (1 cm x 1 cm) ont été découpés des tôles laminées et mis au four réglé à 150 °C pour des périodes de : 5 min, 15 min, 30 min, 1 h, 3 h, 6 h, 18 h et 24 h.

Les traitements thermiques ont été effectués au sein du laboratoire de physique et chimie des matériaux, Département de Physique de l'université de M'sila (Figure II.3).



Figure II.3:Photographie du four utilisée.

II.4 Préparation des échantillons pour caractériser la microstructure

Des observations au microscope optique (MO) ont été faites afin de caractériser la microstructure de nos échantillons. En effet, la préparation métallographique des alliages de Mg est assez délicate car ils sont très sensibles à l'oxydation et à la déformation.

Le protocole peut être détaillé comme suit:

- **Enrobage à froid**

L'objectif de l'enrobage est de protéger les matériaux fragiles, elle a pour but d'avoir une surface plane et d'une meilleure manipulation de l'échantillon pendant le polissage.

Les échantillons ont été enrobés avec une résine constitué de deux composants auto-polymérisant (Méthacrylate de méthyle – styrène). Le résultat de l'enrobage est montré dans la Figure II. 4.



Figure II.4: Échenillons enrobés.

- **Polissage**

Le polissage se déroule selon quatre étapes:

1. polissage mécanique des échantillons avec du papier SiC de P800 jusqu'au papier P4000 (Figure II.5a).
2. polissage mécanique avec une pâte diamantée de 1 μm .
3. polissage électrolytique à température ambiante à base d'une solution comprenant 3 mesures d'acide phosphorique (concentration 85%) et 5 mesures d'éthanol. Les conditions d'électro-polissage utilisées sont de 3 volts pendant 30 min (Figure II.5b).
4. polissage chimique (3 s dans une solution d'acide nitrique à 5% et 95% d'éthanol) pour éliminer toute oxydation éventuelle.



Figure II.5 : a)Appareil de polissage et b)polissage électrolytique.

- **Attaque chimique**

Afin de révéler la microstructure dans nos échantillons, l'attaque chimique a été faite à l'aide du réactif suivant :

- 5 g d'acide picrique
- 100 ml d'éthanol
- 10 ml d'eau distillée
- 10 ml d'acide acétique

Les échantillons sont trempés durant trois à cinq secondes puis rincés à l'éthanol.

II.5 Techniques de caractérisation

II.5.1 Microscope optique

L'évolution de la microstructure de notre alliage avec le temps de vieillissement a été suivie à l'aide d'un microscope métallographique au sein du laboratoire de physique et chimie des matériaux, Département de Physique de l'université de M'sila.



Figure II.6 : Microscope optique au sein de l'université de M'sila.

II.5.2 Microdureté Vickers

- **Essais de microdureté Vickers**

La dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la déformation, les essais de dureté sont très utilisés en raison de leur simplicité et de leur caractère attractif. Leurs résultats donnent un aperçu des propriétés mécaniques du matériau testé.

- **Méthode de mesure**

Cette mesure est basée sur la détermination des dimensions d'empreintes produites dans le matériau par enfoncement d'un pénétrateur, sous l'action d'une charge appliquée (100 g pour nos échantillons). Le pénétrateur est une pyramide en diamant à base carré dont l'angle

au sommet est de 136° (voir Figure II.7). Il détermine dans le métal une empreinte pyramidale de surface S .

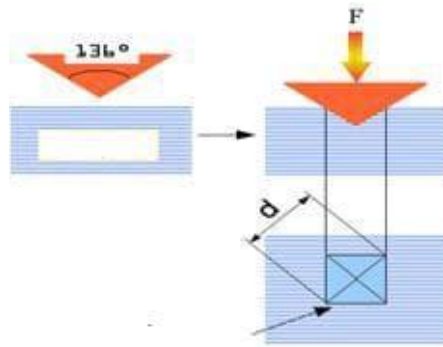


Figure II.7 : Principe de la mesure de microdureté Vickers.

Les mesures de microdureté ont été effectuées sur un microduromètre de type ZWICK/Roell Indente (voir Figure II.8) localisé au sein du laboratoire de physique et chimie des matériaux, Département de Physique de l'université de M'sila. Une moyenne de cinq mesures a été effectuée pour chaque échantillon.



Figure II.8 : Appareil de microdureté.

Chapitre III

Résultats et discussion

III.1. Evolution de la microstructure

La Figure III.1a montre la microstructure de l'état initial (état reçu) de l'alliage AZ31. Cette microstructure est plus ou moins homogène dans tout l'échantillon car les grains ont une forme presque équiaxe ayant une taille moyenne d'environ 18.2 μm . On note aussi la présence d'une quantité de macles de forme lenticulaire (indiqué par les flèches).

La Figure III.1b présente la microstructure de l'alliage AZ31 après déformation par laminage à chaud jusqu'à 70% de réduction d'épaisseur. Il est à noter que la direction de laminage est verticale. On peut constater que la taille des grains a nettement diminué de presque de moitié par rapport à l'état initial ($\sim 9.2 \mu\text{m}$) et la quantité des macles ont diminué après la déformation par laminage. L'absence des macles peut être expliquée par la diminution de la taille des grains et/ou l'occurrence de la recristallisation dynamique au niveau des macles [1, 2].

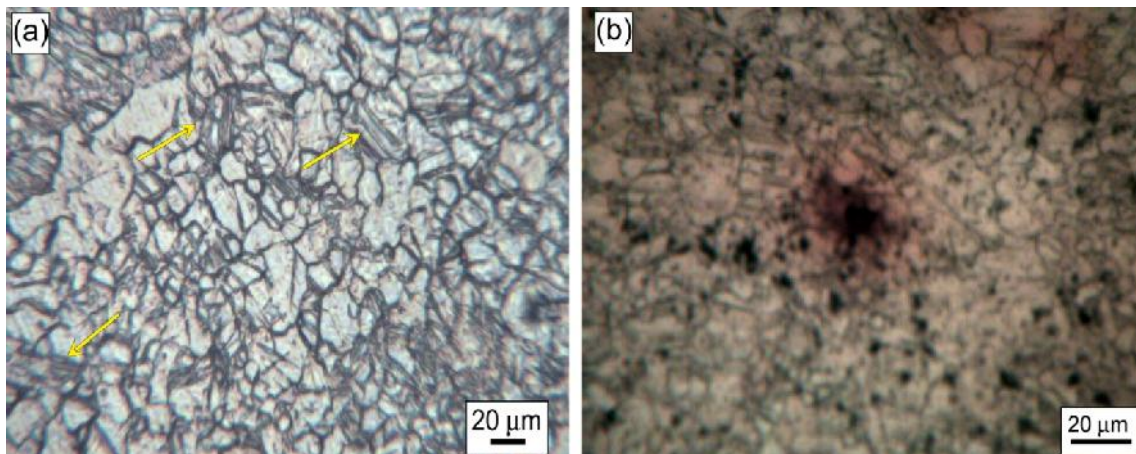


Figure III.1 : Micrographies optiques de l'alliage AZ31 :a) à l'état reçu et b) après laminage à chaud jusqu'à 70% de réduction d'épaisseur.

L'évolution de la microstructure de recristallisation statique et croissance des grains de l'alliage laminé AZ31 en fonction du temps de recuit jusqu'à 24 h à 150 °C est présentée en Figures III.2a–f. Aussi, les valeurs de la taille moyenne des grains en fonction du temps de recuit sont présentées dans la Figure III.3. La taille moyenne des grains a été estimée par la technique de métallographie quantitative dite méthode de l'interception de ligne (Intercept Line Method) à partir des Figures III.2a–f.

On peut observer que les grains ne sont pas totalement homogènes et équiaxes durant toute la durée du traitement de recuit probablement due à la faible température de recuit (150 °C). Le choix d'une faible température nécessite un temps plus long pour atteindre une

microstructure formée de grains uniformes et équiaxes. En fait, le traitement optimal de recristallisation dans les alliages à base de Mg est à 450 °C [3–7].

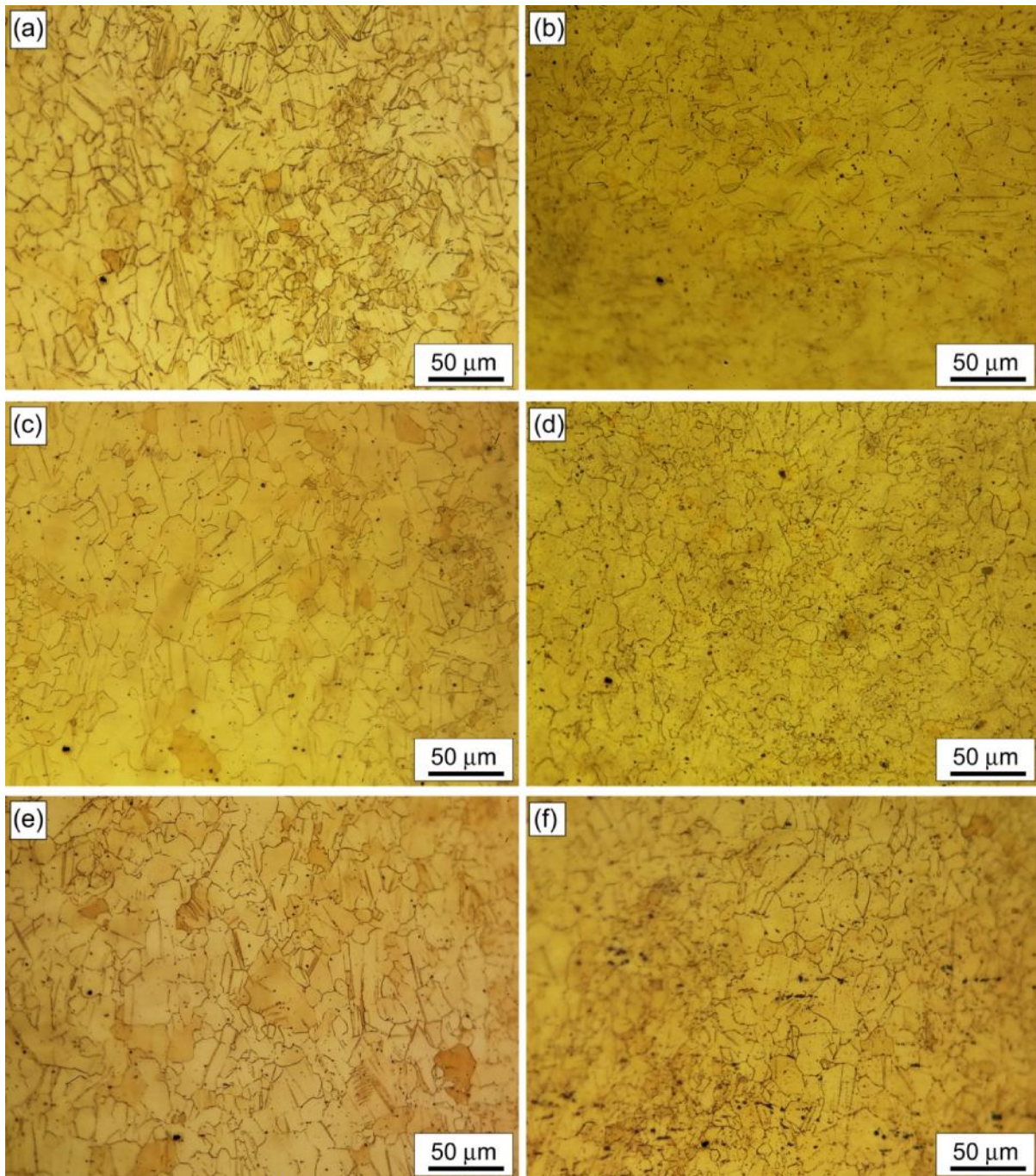


Figure III.2 : Microstructure de l’alliage AZ31 après laminage à chaud jusqu’à 70% de réduction d’épaisseur et recuit à 150 °C pendant: a) 5 min, b) 30 min, c) 1 h, d) 6 h, e) 18 h et f) 24 h. Pour toutes les micrographies, la direction de laminage est verticale.

Il est connu en métallurgie physique que les grains non uniformes et non équiaxes sont bordés par des joints de grains qui sont dans un état hors équilibre thermodynamique c’est à

dire qu'ils renferment encore de l'énergie stockée lors de la déformation plastique. Cette énergie stockée est sous forme de dislocations principalement. Les grains uniformes et équiaxes tendent à avoir des joints de grains triples c'est-à-dire qui forment des angles de 120° .

La Figure III.3 démontre que la taille moyenne des grains augmente avec l'augmentation du temps de recuit. Par exemple, elle augmente de $9.2 \pm 0.7 \mu\text{m}$ de l'état de déformé à $14.5 \pm 0.4 \mu\text{m}$ après 5 min de recuit et à $23.1 \pm 0.7 \mu\text{m}$ après 1 h de recuit. Après une période transitoire de croissance, la taille moyenne des grains atteint un état quasi-stationnaire après 18 h de recuit ($\sim 27.1 \mu\text{m}$).

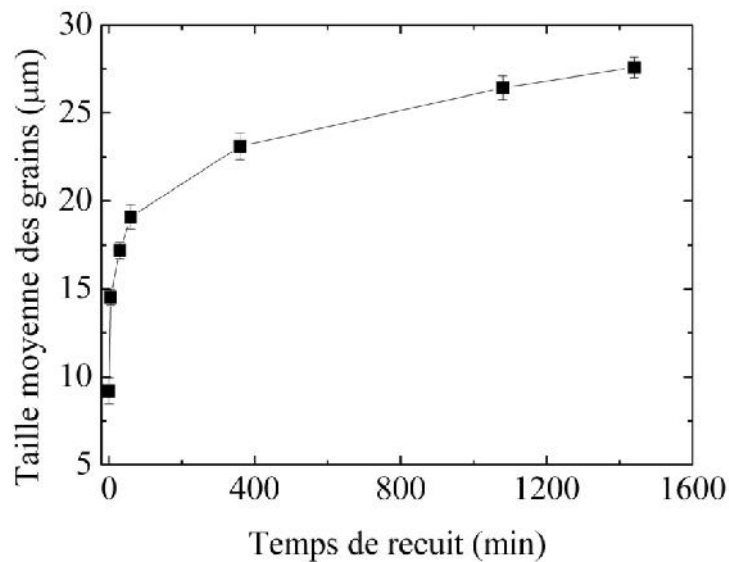


Figure III.3 : Evolution de la taille moyenne des grains de l'alliage AZ31 en fonction du temps de recuit.

On peut conclure que le recuit à 150°C jusqu'à 24h conduit à une croissance normale des grains. Aussi, ce traitement conduit à un petit changement dans la taille moyenne des grains, qui varie entre 10 et $30 \mu\text{m}$. Une tendance similaire a été observé dans les alliages AZ31 et WE54 après déformation par compression uniaxiale et plane et recuit à 450°C jusqu'à 7 jours [6, 8]. Notons que nous parlons de croissance normale des grains quand il y a absence manifeste de croissance anormale des grains pour laquelle la taille peut être d'au moins un facteur 5 jusqu'à un ordre de grandeur plus grande que la taille initiale.

III.2. Evolution des propriétés mécaniques (microdureté Vickers)

La Figure III.4 montre l'évolution de la microdureté Vickers de l'alliage AZ31 laminé à 70% et suivi d'un recuit à 150 °C jusqu'à 24 h. Il est intéressant de noter que la valeur de la microdureté à l'état reçu a été trouvée égale à $54\pm 2\text{Hv}$. La microdureté augmente considérablement jusqu'à $70\pm 0.4\text{Hv}$ après le laminage à chaud à 70% de réduction d'épaisseur due à l'affinement des grains et la génération des défauts spécialement l'augmentation de la densité de dislocations.

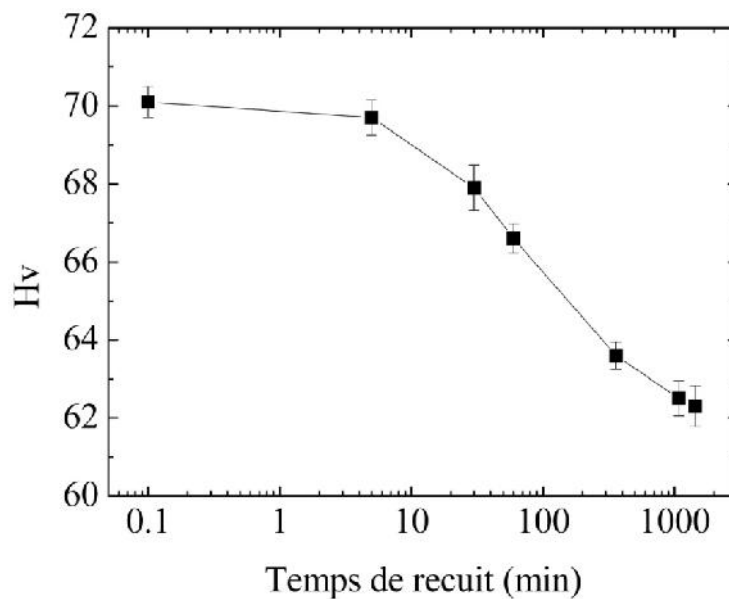


Figure III.4 : Evolution de la microdureté Vickers de l'alliage AZ31 en fonction du temps de recuit.

La valeur de la microdureté ne varie pas beaucoup après le traitement de recuit à 150 °C pendant 5 min probablement due à la restauration. Après 30 min de recuit la microdureté décroît de façon continue avec l'augmentation du temps de recuit jusqu'à une valeur de $62.5\pm 0.4\text{Hv}$ après 18 h de recuit à cause de la recristallisation et la croissance des grains. La microdureté semble être stable après 18 h de traitement car la valeur n'a pas changé en augmentant le temps de recuit jusqu'à 24 h ($62.5\pm 0.4\text{Hv}$). Cette tendance a été confirmée par l'évolution de la taille moyenne des grains (Figure III.3).

La Figure III.4 nous laisse suggérer un prolongement du temps de recuit au-delà de 24 h car le palier d'adoucissement (qui suit généralement la chute de la dureté) n'est pas franchement atteint. Un traitement au-delà de 24 h pourrait renseigner sur l'occurrence ou non

du phénomène de croissance anormale même s'il est connu que ce genre de transformation ne se produit qu'à haute température ($>400\text{ }^{\circ}\text{C}$) et pour des temps de recuit assez longs.

III. 3. Cinétique de la recristallisation statique

Les valeurs de la microdureté ont été utilisées pour déterminer l'évolution de la cinétique de la recristallisation statique selon l'équation de Johnson-Mehl-Avrami (équation B.1). La Figure III.5 consigne les principaux résultats de l'évolution de la fonction $\ln(\ln((1-X)^{-1}))$ en fonction de $\ln(t)$ pour l'alliage AZ31 laminé puis recuit à $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ jusqu'à 24h. La valeur de l'exposant d'Avrami que nous avons déterminé par un lissage des valeurs expérimentales est indiquée sur la même figure.

La valeur de n est proche de l'unité ce qui indique d'après la littérature que le mécanisme de la recristallisation statique est une croissance unidimensionnelle des grains due à la migration des joints de grains [3, 9]. Une valeur similaire a été déjà rapportée dans le cas de l'alliage Mg-0.44Dy (% en pds.) déformé à froid par compression plane et recuit à $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ jusqu'à 7 jours [3].

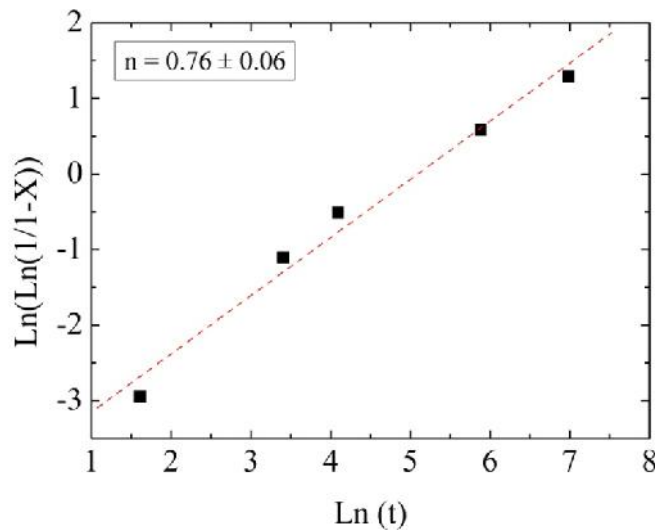


Figure III.5 : Evolution de la fonction $\ln(\ln((1-X)^{-1}))$ en fonction de $\ln(t)$ de l'alliage AZ31 laminé à chaud et recuit à $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ jusqu'à 24 h. X est mesuré par microdureté Vickers.

Il a été démontré qu'une valeur inférieure à 1 indique la présence de sites non aléatoires (par exemple : les macles) pour la germination et la croissance de nouveaux grains durant le recuit [10]. Ce c'est peut expliquer la faible valeur trouvée dans le présent cas ($n = 0.76 \pm 0.06$) car les microstructures de recristallisation montrent la présence de macles (Figure III.2).

Les valeurs $n = 0.68$, 0.70 et 1.02 ont été rapportées pour l'alliage Mg-Al-Zn-Mn-Ca laminé à chaud et respectivement recuit à 200 , 300 et $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ [11]. De plus, des valeurs de n

comprises entre 1.6 et 3.4 ont été trouvées pour l'alliage AZ31 laminé à froid[12]. Il semble que la valeur de n augmente avec l'augmentation de la température de recuit et le taux de déformation[11, 12]. Récemment, il a été prouvé que la valeur de n dépend aussi de la température de déformation conditions de déformation, où elle diminue avec l'augmentation de la température de déformation[3]. La diminution de la valeur de n à forte température de déformation peut être reliée à l'occurrence de la recristallisation dynamique[3].

Références

- [1] M. R. Barnett, Z. Keshavarz, A. G. Beer, D. Atwell. Influence of grain size on the compressive deformation of wrought Mg–3Al–1Zn. *Acta Materialia*, 51 (2004) 5093-5103.
- [2] F. Guerza-Soualah, A. Hanna, H. Azzeddine, A.L. Helbert, F. Brisset, T. Baudin, D. Bradai. Microstructural and textural investigation of an Mg-Dy alloy after hot plane strain compression. *Journal of Magnesium and Alloys*. Available online 24 June 2020 In Press.
- [3] F. Guerza-Soualah, A. Hanna, H. Azzeddine, A.L. Helbert, F. Brisset, T. Baudin, D. Bradai. The deformation and recrystallization behaviour of an Mg-Dy alloy processed by plane strain compression. *Materials Today Communications* 24 (2020) 101239.
- [4] S. Tighiouaret, R. Lachhab, A. Hanna, H. Azzeddine, Y. Huang, T. Baudin, A-L. Helbert, F. Brisset, D. Bradai, T.G. Langdon. Thermal Stability of an Mg–Nd Alloy Processed by High-Pressure Torsion. *Advanced Engineering Materials* 21 (2019) 1900801.
- [5] A. Hanna, H. Azzeddine, Y. Huang, D. Bradai, J. M. Cabrera, T. G. Langdon. An investigation of the thermal stability of an Mg-Dy alloy after processing by high-pressure torsion. *Materials Characterization* 151 (2019) 519–529.
- [6] H. Azzeddine, D. Bradai. On the Texture and Grain Growth in Hot Deformed and Annealed WE54 Alloy. *International Journal of Materials Research*, 11 (2012) 1351-1360.
- [7] H. Azzeddine, D. Bradai. Texture and Microstructure of WE54 alloy after hot rolling and annealing. *Materials Science Forum*, 702-703 (2012) 453-456.
- [8] S. Abdessameud, H. Azzeddine, B. Alili, D. Bradai. On the grain growth in AZ31 alloy after uniaxial compression. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 20 (2010) 2215-2222.
- [9] A. Fenghui, L. Bo, Z. Deqin, L. Jinlong, S. Yuhui, Recrystallization Kinetics of Fe-3%Si after Deformation at High Strain Rate and High Temperature, *Materials Research*, 22 (2019)e20180746.

- [10] F.J. Humphreys, M. Hatherly, Chapter 7 - Recrystallization of Single-Phase Alloys, in: F.J. Humphreys, M. Hatherly (Eds.) Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition), Elsevier, Oxford, 2004, pp. 215-IV
- [11] Q. Wang, B. Jiang, A. Tang, J. Fu, Z. Jiang, H. Sheng, D. Zhang, G. Huang, F. Pan, Unveiling annealing texture formation and static recrystallization kinetics of hot-rolled Mg-Al-Zn-Mn-Ca alloy, *Journal of Materials Science & Technology*, 43 (2020) 104-118.
- [12] C.W. Su, L. Lu, M.O. Lai, Recrystallization and grain growth of deformed magnesium alloy, *Philosophical Magazine*, 88 (2008) 181-200.

Conclusion générale

Nous nous sommes fixés comme objectif d'étudier l'évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques d'un alliage Mg-3Al-1Zn (AZ31) après déformation plastique à chaud jusqu'à 70% de taux de réduction et recuit aux températures de 150–350 °C pour des temps compris entre 5 minute et 24 heures. La variation de la cinétique de la recristallisation statique et croissance des grains en fonction de la température de recuit a été aussi projetée.

Nos ambitions ont été revues à la baisse pour des raisons nationales connues. Nous avons été restreints à réaliser les traitements seulement pour la température de 150°C.

Néanmoins les résultats obtenus après des traitements thermomécaniques réussis nous ont permis de conclure ce qui suit :

- L'alliage AZ31 déformé par laminage à chaud jusqu'à 70% d'épaisseur et recuit à 150 °C pendant des temps variant entre 5 min et 24 heures est le siège d'une transformation de phase à l'état solide qui est la recristallisation statique suivie d'une croissance normale des grains.
- La taille initiale des grains qui était de l'ordre de 18 μm baisse après déformation plastique par laminage et ré-augmente après recristallisation et croissance normale jusqu'à une valeur de 27 μm qui est plus grande que celle de l'état initial.
- Il n'y a pas eu lieu de croissance anormale des grains à cause de la faible température de recuit.
- Cette recristallisation et croissance des grains est accompagnée par un changement des propriétés mécaniques et essentiellement la dureté. L'alliage durci considérablement après laminage et s'adoucit après recristallisation et croissance.
- Le facteur d'Avrami qui caractérise la cinétique et le type de transformation de phase montre que le mécanisme de la recristallisation statique est une croissance unidimensionnelle des grains due à la migration des joints de grains.

Résumé

L'objectif de ce présent travail est l'étude de la cinétique de la recristallisation statique et croissance des grains dans l'alliage AZ31 (Mg-3Al-1Zn, % en pds) après laminage à chaud à 360 °C jusqu'à 70% de taux de réduction et recuit à 150 °C pour des temps compris entre 5 minute et 24 heures. Les résultats montrent que la taille initiale des grains qui était de l'ordre de 18 µm baisse après laminage et ré-augmente après recristallisation et croissance normale jusqu'à une valeur de 27 µm. L'alliage durci considérablement après laminage (70 Hv) et s'adoucit après recristallisation et croissance (62 Hv). L'exposant d'Avrami ($n = 0.76$) qui caractérise la cinétique et le type de transformation de phase montre que le mécanisme de la recristallisation statique est une croissance unidimensionnelle des grains due à la migration des joints de grains.

Abstract

In the present study, the kinetics of static recrystallization and grain growth of AZ31 (Mg-3Al-1Zn, wt.%) alloy was investigated after hot rolling at 360 °C to 70 % of thickness reduction and annealing at 150 °C for a time ranging of 5 minutes to 24 hours. The results show that the grain size decreases after hot rolling from 18 µm to 9 µm and then increases after annealing for 24 h to 27 µm. The microhardness of the alloy increase considerably after hot rolling (70 Hv) and then decreases after recrystallisation and grain growth (62 Hv). The Avrami exponent ($n = 0.76$) which characterizes the kinetics and the type of phase transformation shows that the mechanism of static recrystallization is one-dimensional grain growth due to grain boundary migration.

تلخيص

الهدف من هذا العمل هو دراسة حركية إعادة البلورة الثابتة ونمو الحبيبات في سبيكة AZ31 (Mg-3Al-1Zn, % الوزن) بعد الدرفلة الساخنة عند 360 درجة مئوية حتى 70% معدل التخفيض والتلدين عند 150 درجة مئوية لفترة تتراوح بين 5 دقائق إلى 24 ساعة. أظهرت النتائج أن حجم الحبيبات ابتداءً كان 18 ميكرومتر يتناقص بعد الدرفلة إلى 9 ميكرومتر ولكن يزداد بعد إعادة البلورة ونمو الحبيبات حتى 27 ميكرومتر. السبيكة تتصلب بالحد كبير بعد الدرفلة (70Hv) وتقلد إعادة البلورة والنمو إلى (62Hv). يُظهر معام $n = 0.76$ الذي يميز الخواص الحركية ونمو الحبيبات أن آلية إعادة البلورة الساكنة هي نمو الحبيبات أحادي البعد بسبب هجرة حدود الحبيبات.