

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة محمد بوضياف - المسيلة



ميدان: علوم المادة
فرع: الفيزياء.
تخصص: فيزياء المواد

كلية: العلوم.
قسم: الفيزياء.
رقم: PH/MAT/16/2022

مذكرة مقدمة لنيل شهادة الماستر أكاديمي

إعداد الطالب(ة): دشوشة نجاة

تحت عنوان

دراسة تأثير الشروط التجريبية على تطور الصلادة لسبيكة
أساسها المغنيسيوم

تمت المناقشة يوم / / 2022 أمام اللجنة المكونة من:

رئيسا
مشرفا و مقرا
مناقشا

جامعة المسيلة
جامعة المسيلة
جامعة المسيلة

صباح فتاح
هبة عز الدين
بن سهيل الهام

السنة الجامعية: 2022/2021

شكر وتقدير

الحمد لله حمدا كثيرا على عظيم فضله وكثير عطائه لأنه وفقني لإتمام هذا البحث العلمي، والصلاة والسلام على سيدنا محمد وعلى اله وصحبه أجمعين.
أتوجه بخالص عبارات الشكر والتقدير إلى أستاذتي المشرفة الأستاذة "هبة عز الدين" التي تابعت سير هذا البحث.
كما لا يفوتني أن أتوجه بالشكر إلى اللجنة المناقشة.
كما أتقدم بالشكر إلى زميلتي "أميرة بن الشيخ"

إهداء

اللهم لك الحمد قبل أن ترضي ولك الحمد إذا رضيت ولك الحمد بعد
الرضا، نحمد الله عز وجل انه وفقنا إلى انجاز هذا العمل المتواضع.
إلى قرة عيني، إلى من جعلت الجنة تحت قدميها.....إلى
التي حرمت نفسها وأعطتني، ومن حنانها أسقتني....أمي العزيزة
حفظها الله وأدامها.
إلى من يزيدني انتسابي له وذكره اعتزازا وفخرا وإلى من سهر
الليالي من أجل تربيته وتعليمي، وجعلني أكبر لأصل لهذا اليوم
فضيلة أبي العزيز.
إلى إخوتي الأحباء أدامهم الله سندا لي .
إلى من شاءت الأقدار أن تجمعني بهم حقائق الدراسة وتجعل منهم
أخوات "صديقاتي العزيزات "

فهرس المحتويات

1.....المقدمة العامة

2.....المراجع

الفصل الأول :آليات التشوه في البنية السداسية

4.....1-1 طرق التشوه اللدن

4.....1-1-1 الدرفلة

4.....2-1 آليات التشوه في البنية السداسية

4.....1-2-1 نظام الانزلاق في المغنيسيوم وسبائكه

6.....2-2-1 التوأمة

6.....1-2-2-أ أنواع التوأمة

9.....3-1 ظاهرة إعادة البلورة في السداسيات

9.....1-3-1 الترميم

9.....2-3-1 البلورة

10.....4-1 تأثير التشوه علي البنية المجهرية

11المراجع

الفصل الثاني : التقنيات التجريبية

14.....1-II عرض السبيكة المدروسة

14.....2 -II التشوه اللدن عن طريق الدرفلة

15.....3-II المعالجة الحرارية لإعادة البلورة

15.....4-II تحضير العينات

15.....1-4-II التلميع

16.....5-II التوصيف بالمجهر البصري

16.....6 -II التوصيف الميكانيكي لصلادة فيكرز (Vickers)

الفصل الثالث : النتائج التجريبية ومناقشتها

18	1-III دراسة البنية المجهرية.....
18	1-1-III دراسة البنية المجهرية وحجم الحبيبات.....
19	2-III العينة المستمرة والغير مستمرة.....
21	3-III الصلادة.....
24	الخاتمة العامة.....

قائمة الاشكال

- الشكل-I-1: يوضح عملية الدرفلة.....4
- الشكل-I-2: مختلف أنماط التشوه في المغنيسيوم5
- الشكل-I-3: التوأمة في نظام بلوري سداسي.....6
- الشكل-I-4: رسم يوضح توأم الجر.....7
- الشكل I-5: رسم يوضح توأم الضغط.....7
- الشكل-I-6: رسم يوضح توأم المزدوج.....8
- الشكل-I-7: (a) بنية مجهرية لعينة Mg-Dy مشوهة (b) بنية مجهرية تظهر توزع التوائم المختلفة في العينة.....8
- الشكل-I-8: : تأثير درجة الحرارة على CRSS لأنظمة الانزلاق في سبائك المغنيسيوم.....9
- الشكل-I-9: مراحل مختلفة لعملية الترميم وإعادة البلورة.....10
- الشكل-I-10: (a) البنية المجهرية الابتدائية (b) البنية المجهرية بعد المعالجة بواسطة ECAP في درجة حرارة 350°C لأربع لفات لسبيكة Mg-Ce11
- الشكل-II-1: صورة السبيكة المدروسة.....14
- الشكل II-2: عينات AZ31 بعد عملية الدرفلة وانخفاض سمكها بنسبة 75%.....14
- الشكل-II-3: (a) التلميع الميكانيكي (b) التلميع الكهربائي.....15
- الشكل-II-4: مبدأ قياس صلادة فيكرز (Vickers).....16
- الشكل-III-1: البنية المجهرية لسبيكة AZ31 (a) الحالة الابتدائية (b) الحالة المشوهة بعملية الدرفلة وانخفاض سمكها بنسبة 75%.....18
- الشكل-III-2: البنية المجهرية لسبيكة AZ31 بعد الدرفلة ومعالجتها حراريا لمدة ساعة عند درجة حرارة 450°C (a) الحالة المستمرة (b) الحالة الغير مستمرة (c) حالة الماء19
- الشكل-III-3: توزيعات الحدود الحبيبية لسبيكة AZ31 المدرفلة والمعاد معالجتها لمدة ساعة في درجة حرارة 450°C (a) الحالة المستمرة (b) حالة الماء (c) الحالة الغير مستمرة.....20
- الشكل-III-4: تطور الصلادة لسبيكة AZ31 بعد التشوه ومعالجتها في الحالة المستمرة والغير مستمرة وفي مجالات زمنية مختلفة عند 450°C.....21

قائمة الجداول

- الجدول I-1: أنظمة الانزلاق في المغنسيوم وسبائكه.....5
- 5.. الجدول II-1: التركيب الكيميائي لسبيكة AZ31 (الوزن%).....14
- الجدول III-1: متوسط حجم الحبيبات للحالات الثلاث.....20
- الجدول III-2: متوسط الصلادة ومعامل التجانس (IF) للحالات الثلاث.....22

المقدمة العامة

المقدمة العامة

عرفت سبائك المغنيسيوم والألمنيوم إهتمام متزايد في صناعة السيارات و الطيران (الشكل1)، كمواد خفيفة الوزن نظرا لكثافتها المنخفضة بين جميع المواد الإنشائية الشائعة ($\rho_{Mg} = 1.73 \text{ g cm}^{-3}$, $\rho_{Al} = 2.69 \text{ g cm}^{-3}$) [1]. رغم ذلك فإن استخدام سبائك Mg المحتوية على الزنك والألمنيوم AZ31(Mg-3Al-1Zn) (بالوزن %) غير واسع المدى لعدم قدرته على التشكل في درجة حرارة الغرفة بسبب التركيب البلوري السداسي [2,3]. يعتبر تعديل البنية المجهرية للسبائك القائمة على المغنيسيوم عن طريق المعالجة الحرارية طريقة فعالة لتحسين قابليتها للتشكيل والتحكم في الخواص الميكانيكية عن طريق تقليل تباين الخواص. عادة يتم تحقيق ذلك من خلال تعزيز تنشيط أنظمة الانزلاق الغير قاعدية وحدوث عملية إعادة التبلور الميكانيكي [4-9].

الهدف من هذا العمل هو دراسة تطور البنية المجهرية لسبيكة AZ31 بعد الدرفلة على الساخن وانخفاض سمكها بنسبة 75% ومعالجتها حراريا لمدة 10 دقيقة، 30 دقيقة، 1 ساعة، وتحت شروط تجريبية مختلفة من حيث استعمال عينة واحدة أو مجموعة من العينات والتغيير في حالة السقاية.

تتمحور الأطروحة حول ثلاثة فصول الفصل الأول يقدم آليات التشوه في البنية السداسية وأثر التشوه على البنية البلورية، الفصل الثاني يعرض التقنيات التجريبية، الفصل الثالث يعرض النتائج التجريبية ومناقشتها. وفي الأخير خاتمة تحتوي على أهم النتائج المتحصل عليها.



الشكل1: أمثلة عن تطبيقات استخدام سبيكة AZ31.

المراجع

- [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.

- [3] I. Aatthisugan, A. Razal Rose, and D. Selwyn Jebadurai, Mechanical and wear behaviour of AZ91D magnesium matrix hybrid composite reinforced with boron carbide and graphite, *J. Magnes. Alloy.*, 5 (2017) 20–25.
- [4] H. Azzeddine and D. Bradai, On the texture and grain growth in hot-deformed and annealed WE54 alloy, *Int. J. Mater. Res.*, 103 (2012) 1351–1360.
- [5] A. Atrens, G. L. Song, M. Liu, Z. Shi, F. Cao, and M. S. Dargusch, Review of Recent Developments in the Field of Magnesium Corrosion, *Adv. Eng. Mater.*, 17 (2015) 400–453.
- [6] S. Tighiouaret, R. Lachhab, A. Hanna, H. Azzeddine, Y. Huang, T. Baudin, A-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
- [7] F. Guerza-Soualah, A. Hanna, H. Azzeddine, A.L. Helbert, F. Brisset, T. Baudi D. Bradai. Microstructural and textural investigation of an Mg-Dy alloy after hot plane strain compression. *Journal of Magnesium and Alloys*. Available only 24 June 2020 In Press.
- [8] 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.
- [9] S. Abdessameud, H. Azzeddine, B. Alili, D. Bradai. On the grain growth in AZ31 alloy after uniaxial compression. *Transactions of Nonferrous Metals Society China*, 20 (2010) 2215-2222.

الفصل الأول:

آليات التشوه في البنية السداسية

1-1: التشوه اللدن

يؤدي تعرض المادة لعمل ميكانيكي مطبق لتشوه لدن يتم عن طريق الانزلاق مما يسبب تغير في الخصائص والبنية المجهرية عن طريق إعادة البلورة.

ومن طرق التشوه اللدن عملية الدرفلة

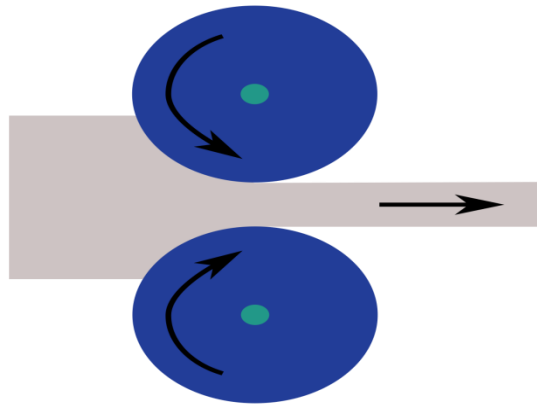
1-1-1: الدرفلة

الدرفلة هي عملية تشوه لدن، يتم تمرير صفيحة المعدن بين اسطوانتين تدوران عكس بعضهما البعض كما هو موضح في الشكل (1-1). الهدف منها هو تقليل سمك المعدن المراد درفله والحصول على سطح أملس وتتم هذه العملية إما عن طريق البارد أو الساخن [1].

وتعطي نسبة إنخفاض سمك الدرفلة بالعلاقة التالية [1]:

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

حيث e_0 سمك العينة قبل الدرفلة و e_f سمك العينة بعد الدرفلة.



الشكل 1-1: يوضح عملية الدرفلة.

الدرفلة على الساخن: يتم تقليل سمك العينة بسرعة في درجة حرارة عالية غالبا أعلى من درجة حرارة إعادة البلورة. هذه الطريقة تنتج عنها ليونة المعدن.

الدرفلة على البارد: تكون في درجة حرارة الغرفة التي تكون اقل من درجة حرارة البلورة، تحتاج جهد كبير وطاقة عالية.

2-1 آليات التشوه في البنية السداسية

يمكن إنشاء تشوه دائم عن طريق انزلاق العيوب الخطية (الاضطرابات) وتعرف أيضا بالانزلاق البلوري والتوأمة. الآليات الرئيسية التي لوحظت في الهياكل السداسية المشوهة هي التوأمة والانزلاق البلوري.

1-2-1 نظام الانزلاق في المغنسيوم وسبائكه

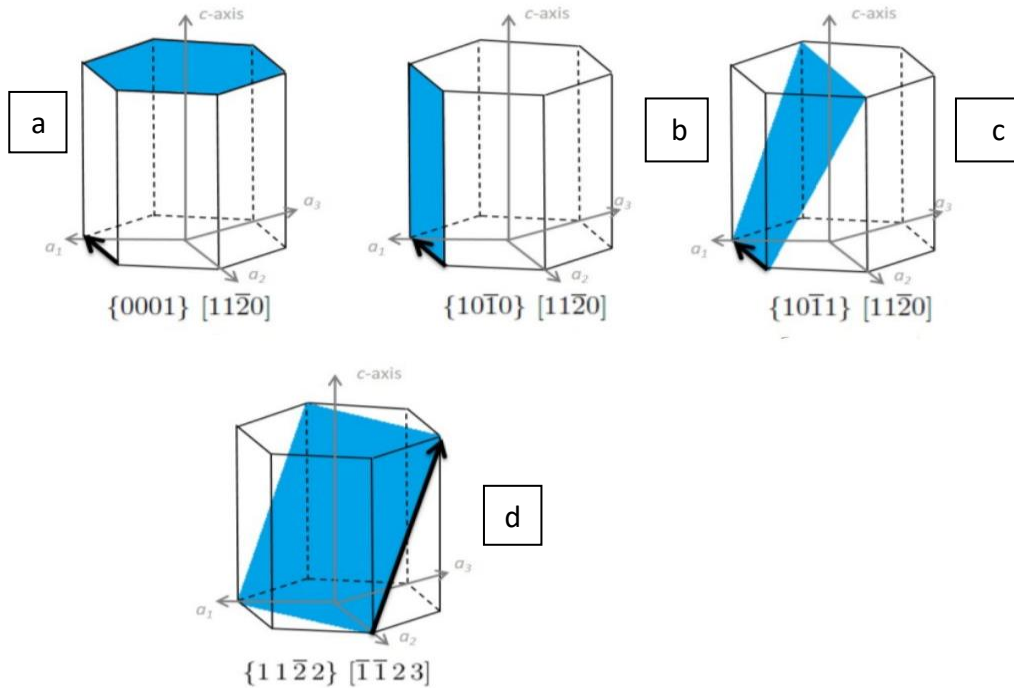
يتم تعريف نظام الانزلاق بواسطة مستوي واتجاه الانزلاق، لوحظ انزلاق الخلع في المستويات البلورية الكثيفة وفي هذه المستويات يتوافق اتجاه القص البلوري مع الاتجاهات البلورية ذات الكثافة الذرية العالية، الجدول (1-1) والشكل (2-1) يلخصان أنظمة الانزلاق الموجودة في المغنيسيوم وسبائكه [2,3].

الجدول 1-1: أنظمة الانزلاق في المغنيسيوم وسبائكه [2,3]:

هرمي	هرمي	موشوري	قاعدي	النظام
$\{1\bar{1}22\}$	$\{01\ 1\bar{1}\}$	$\{10\bar{1}0\}$	$\{0001\}$	المستوي
$\langle 321\bar{1} \rangle$	$\langle 201\bar{1} \rangle$	$\langle 201\bar{1} \rangle$	$\langle 201\bar{1} \rangle$	الاتجاه

- أنظمة الانزلاق القاعدية والموشورية والهرمية من النوع الأول لها اتجاهات عمودية على المحور c وتعرف بأنظمة الانزلاق $\langle a \rangle$ ، هذه الأنواع الثلاثة (القاعدية والموشورية والهرمية 1) لها نفس اتجاه الانزلاق ولا تقبل الضغط أو الشد في درجة حرارة الغرفة لأنه يؤدي إلى انكسار المعدن.

- النظام الهرمي من النوع الثاني له اتجاه مختلف عن الأنواع الثلاثة السابقة ويعرف بنظام الانزلاق $\langle a+c \rangle$ لذلك هو الوحيد الذي يسمح بالتشوه على طول المحور c.



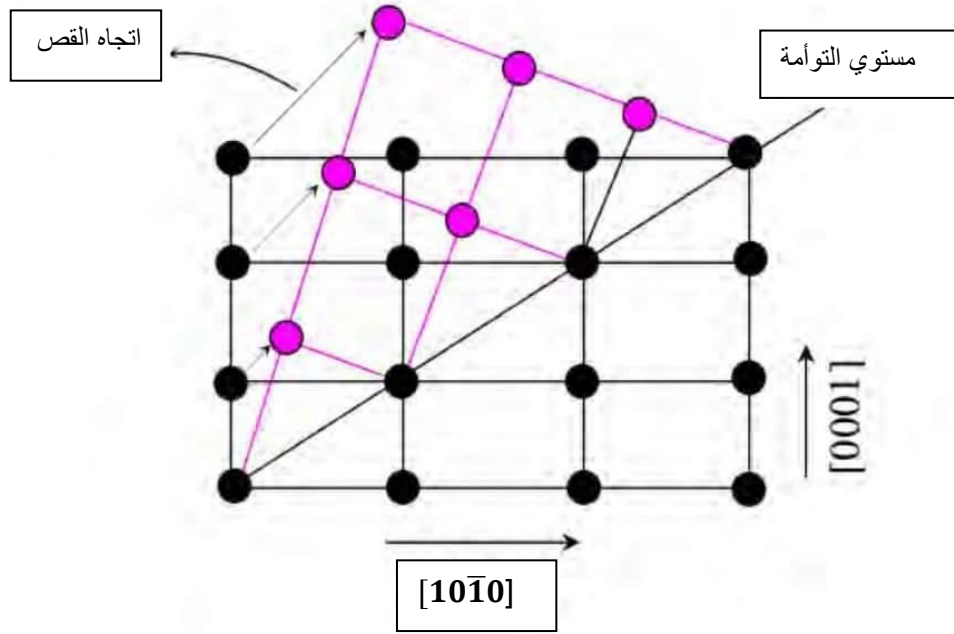
الشكل 2-1: مختلف أنماط التشوه في المغنيسيوم.

(a) الانزلاق القاعدي $\{0001\}$ $\langle 20 \rangle$ (b) الانزلاق الموشوري $\{10\bar{1}0\}$ $\langle 20 \rangle$

(c) الانزلاق الهرمي $\{10\bar{1}1\}$ $\langle 20 \rangle$ (d) الانزلاق الهرمي $\{10\bar{2}3\}$ $\langle 22 \rangle$

2-2-1 التوأمة

هو نظام شائع جدا في السداسيات حيث يتم حدوث التشوه اللدن بواسطة قص جزء من المصفوفة بشكل متجانس استجابة للضغط الميكانيكي بحيث اتجاه المصفوفة في الجزء المزدوج هو صورة معكوسة للمصفوفة كما هو موضح في الشكل (1-3). غالبا ما تكون التوأمة نشطة عند التشوه على البارد للتعويض عن نقص أنظمة الانزلاق [4].

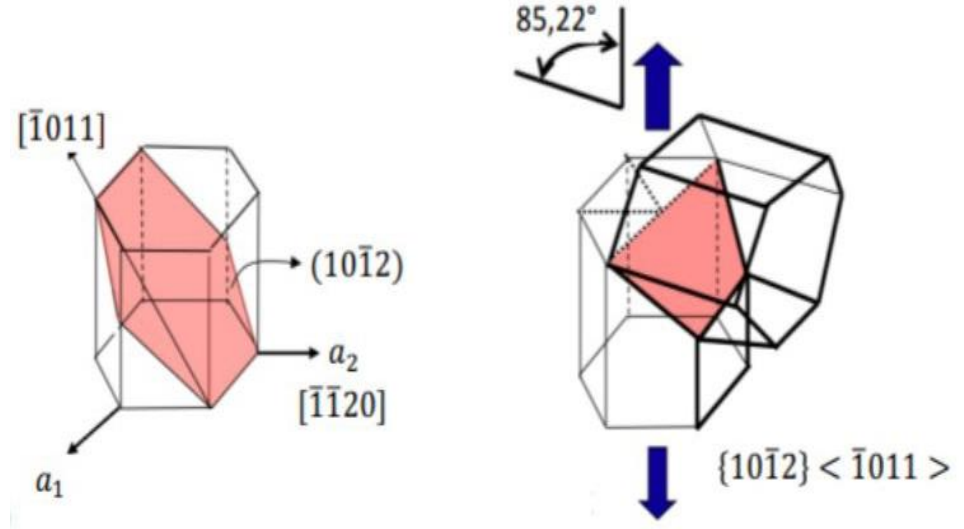


الشكل 1-3: التوأمة في نظام بلوري سداسي [4].

2-2-1 أنواع التوأمة

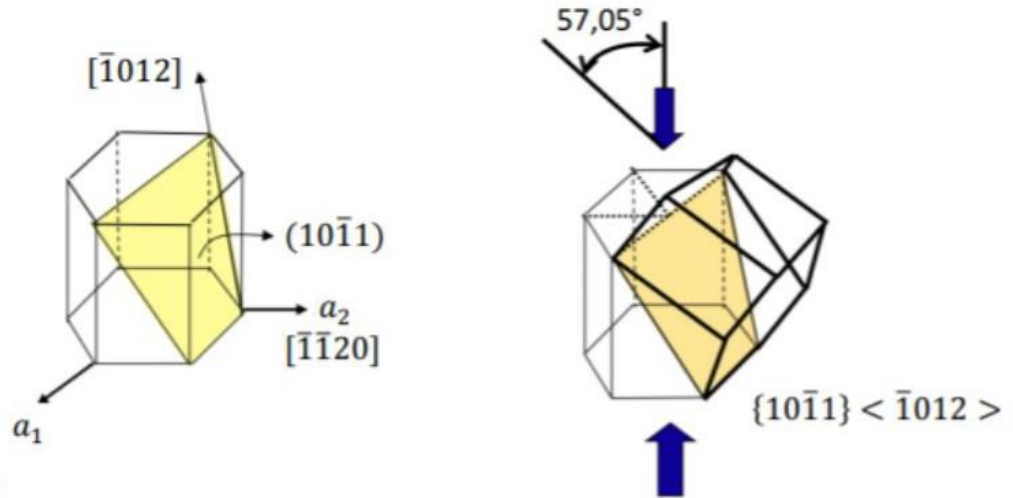
في حالة سبائك المغنسيوم يمكن تقسيم التوائم إلى ثلاثة أنواع حسب نمط الإجهاد:

- توائم الجر $\langle 10\bar{1}2 \rangle$ تظهر على المستوي $\{10\bar{1}2\}$ حيث يسمح لنا هذا النوع من التوائم بالاستطالة على طول المحور c، وبالتالي تحسين الاستطالة أثناء الشد وهذه العائلة هي الأكثر شيوعا من التوائم كونها الأسهل في التنشيط في سبائك المغنسيوم. تؤدي توأمة الجر إلى دوران المستوي بزاوية قدرها $85,22^\circ$ حول المحور c كما هو موضح في الشكل (1-4).



الشكل-4: رسم يوضح توأم الجبر [5].

- توأم الضغط $\{10\bar{1}2\}$ $< 10\bar{1}1 >$ تظهر على المستوي $\{10\bar{1}2\}$ بالضغط على المحور c. تؤدي توامة الضغط إلى دوران المستوي بزاوية قدرها 57° حول المحور c كما هو موضح في الشكل (5-1). يسمح لنا هذا النوع من التوائم بالانكماش على طول المحور c.



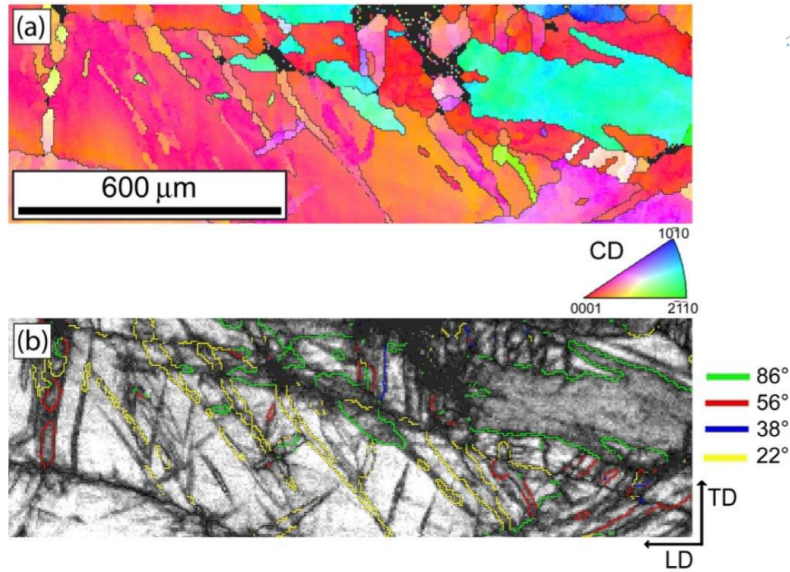
الشكل-5: رسم يوضح توأم الضغط [6].

- التوأم المزدوج: $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}1\}$ يتوافق مع التنشيط المتتالي لتوأم ضغط ثم يليه توأم جبر كما هو موضح في الشكل (6-1).



الشكل-6: رسم يوضح التوأم المزدوج [7].

كمثال عن تواجد جميع أنواع التوأمة في نفس الحبوب نأخذ الشكل (7-1) الذي يوضح أن التوأم المزدوج 22° وتوأم الجر 86° يسيطران بالكامل وهذا متوقع لأن تنوي التوأم يرتبط أساسا ببنية حدود الحبوب وحالة الإجهاد، حيث جزء كبير من التوائم المزدوجة يهرع إلى التحول السريع للتوائم المنقطعة أثناء عملية التشوه [8].

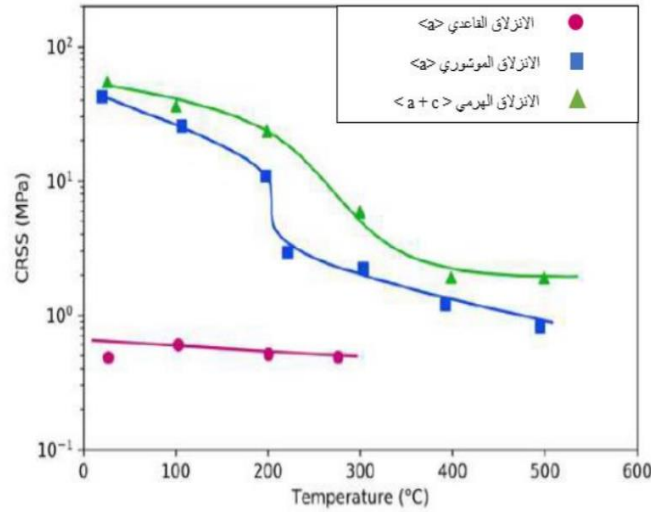


الشكل-7: (a) بنية مجهرية لعينة Mg-Dy مشوهة (b) بنية مجهرية تظهر توزع التوائم المختلفة في العينة [8].

في المغنيسيوم هناك عدة عوامل تؤثر على تنشيط التوأمة وأنظمة الانزلاق ومن بينها:

- تأثير حجم الحبيبات: تم ملاحظة من خلال التجارب أن تفعيل التوأمة يقل مع نقصان حجم الحبيبات [9].
- تأثير نسبة c/a : تنشوه المواد السداسية في درجة الحرارة المنخفضة بواسطة الانزلاق الأساسي إذا كانت النسبة a/c قريبة من القيمة المثالية (1,63)، أما في المواد ذات قيمة أقل بكثير من القيمة المثالية فهي تنشوه بواسطة الانزلاق الموشوري والهرمي بنوعيه [10,11].

- **تأثير درجة الحرارة:** إن الانزلاقات القاعدية $\langle a \rangle$ والتوأمة هما نمطا التشوه السائدان في درجة حرارة الغرفة حيث لخص بارنيت دراسة تأثير درجة الحرارة على قيم الانقسام الحرج للمغنيسيوم، و يوضح الشكل (8-1) أن تنشيط الانزلاقات القاعدية والموشورية والهرمية تعتمد بشدة على درجة حرارة التشوه، كلما ارتفعت الحرارة انخفضت قيم الإجهاد (CRSS, critical resolved shear stress) [12].



الشكل-8: تأثير درجة الحرارة على CRSS لأنظمة الانزلاق في سبائك المغنيسيوم [12].

3-1 ظاهرة إعادة البلورة بعد التشوه اللدن في السداسيات:

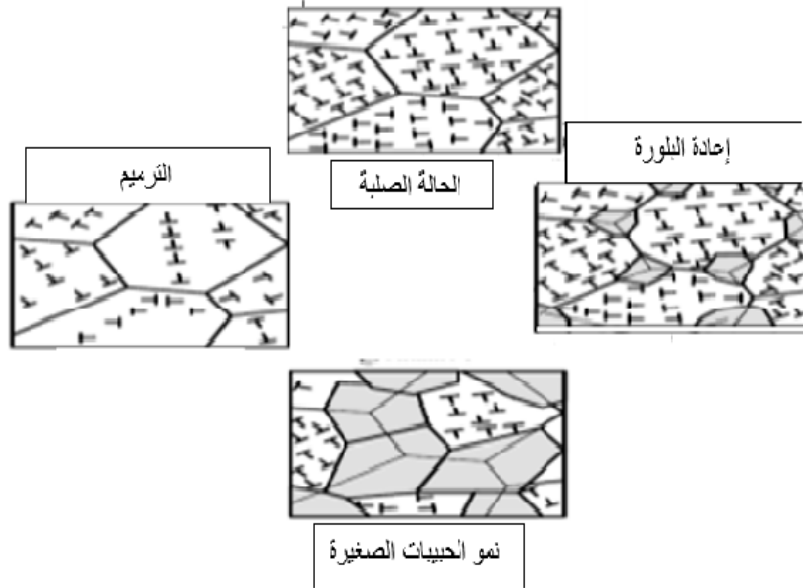
تشوه بعض المواد يؤدي إلى زيادة كثافة العيوب وبالتالي تكون المادة في حالة عدم توازن ديناميكي، حيث تعمل المعالجة الحرارية على إعادة توزيع العيوب أو إخفائها لتسترجع المادة خواصها الميكانيكية والفيزيائية. عموماً تنقسم إعادة البلورة إلى مرحلتين المرحلة الأولى الترميم ثم تليها البلورة.

3-1-1 الترميم

تتم عملية الترميم من خلال التخلص من بعض الإنخلاعات وإعادة ترتيبها دون التغيير في الخواص الميكانيكية أو البنية المجهرية للمادة. كما هو موضح في الشكل (9-1).

3-2 البلورة (Recrystallisation)

البلورة هي عملية استبدال الحبوب المشوهة بحبوب جديدة حيث تنمو الحبوب الجديدة حتى يتم استهلاك الحبوب الأصلية بالكامل كما هو موضح في الشكل (9-1). يرافق التبلور بشكل عام انخفاض في صلابة وزيادة في الليونة.



الشكل-9: مراحل عملية الترميم وإعادة البلورة [13].

هناك نوعان من البلورة الساكنة والديناميكية:

a-3-2-1 البلورة الساكنة (Recrystallisation statique)

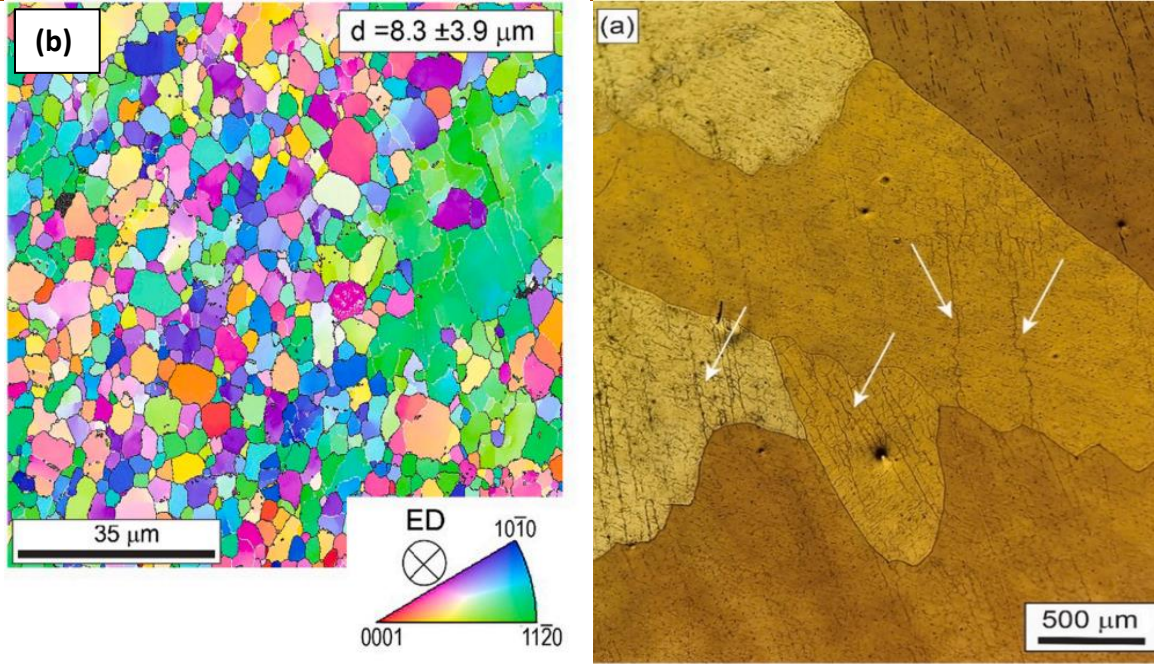
تحدث عند تشوه المادة على البارد ثم تتعرض للمعالجة الحرارية، تتطابق مع تكوين حبيبات بلورية جديدة في مادة مشوهة، وترحيل حدود الحبوب شديدة التشوه التي تكون قوتها الدافعة هي التشوه المخزن للطاقة بشكل أساسي [14].

b-2-3-1 البلورة الديناميكية (Recrystallisation dynamique)

في حالة التشوه الساخن للسبائك المعدنية (أي عند درجة حرارة تبلغ أو تزيد عن 0,7 مرة من درجة حرارة الانصهار)، يتناقص تماسك المعدن تدريجياً عندما يزداد التشوه، ثم نلاحظ نظام ديناميكي شبه ثابت يتميز بضغط تدفق شبه ثابت أيضاً، من المهم ملاحظة أن الاستعادة الديناميكية تحدث بمجرد تطبيق تشوه ساخن وهذا كافٍ لتفسير ليونة المعدن [15,10].

4-1 تأثير التشوه على البنية البلورية :

الشكل (11-1) يعطي مثال عن تأثير التشوه على البنية المجهرية لسبيكة المغنيسيوم، حيث نلاحظ في الشكل (a-10-1) أن البنية المجهرية في الحالة الابتدائية لـ Mg-Ce تظهر الحبيبات كبيرة جداً بشكل عملاق، أما بعد المعالجة بواسطة ECAP(channel angular pressing) في درجة حرارة 350°C لأربعة لفات نلاحظ أن شكل الحبيبات صار أصغر وذات شمس شكل متجانس كما هو موضح في الشكل (b-10-1) [16].



الشكل-10: (a) البنية المجهرية الابتدائية (b) البنية المجهرية بعد المعالجة بواسطة ECAP في درجة حرارة 350°C لأربع لفات لسبيكة Mg-Ce [17].

المراجع:

- [1] R. Albery, "Laminage à chaud des produits plats sur train à bandes. Partie 1" Techniques de l'Ingénieur, ref. m7940, 2007.
- [2] S. R. Agnew, D. W. Brown, C. N. Tomé, Validating apolycrystal model for the elastoplastic response of magnesium alloy AZ31 using insitu neutron diffraction. Acta Materialia, 54(2006)4841-4852.
- [3] W. B. Hutchinson, M. R. Barnett, Effective values of critical resolved shear stress for slip in polycrystalline magnesium hcp metals. Scripta Materialia, 63(2010) 737–740.
- [4] G. Gottstein. Physical Foundations of Materials Science. Springer, (2004).
- [5] M. R. Barnett, Twinning and the ductility of magnesium alloys Part I: "Tension" twins, Materials Science and Engineering: A, 464 (2007) 1–7.
- [6] M. R. Barnett, Twinning and the ductility of magnesium alloys Part II. Contraction twins, Materials Science and Engineering: A, 464 (2007) 8-16.
- [7] M. R. Barnett, Z. Keshavarz, A. G. Beer, X. Ma, Non-Schmid behavior during secondary twinning in a polycrystalline magnesium alloy, Acta Materialia–Acta. Mater, 56 (2008) 5-15.

- [8] F.Guerza-Soualah, A. Hanna, H. Azzeddine, A.L. Helbert, F. Brisset, T. Baudin, D.Bradaï. Microstructural and textural investigation of an Mg-Dy alloy after hot plane straincompression. Journal of Magnesium and Alloys. 8 (2020) 1198-1207.
- [9] H. Fan, S. Aubry, A. Arsenlis, J. El-Awady, Grain size effects on dislocation and twinning mediated plasticity in magnesium, Scripta Materialia, 112 (2016) 50-53.
- [10] H. Azzeddine, Contribution à l'étude de quelques propriétés physico-métallurgiques des alliages à base de Mg, Thèse de doctorat (2012), USTHB.
- [11] F. Montheillet, "*Métallurgie en mise en forme à chaud*" Techniques de l'Ingénieur, ref. m3031, 2009.
- [12] M. Barnett, A Taylor Model Based Description of the proof stress of magnesium AZ31 during hot working, Metallurgical and Materials Transactions A, 34 (2003) 1799-1806.
- [13] 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, A. 238 (1997) 219–274.
- [14] A. Hanna, 'Etude de quelques propriétés des alliages à base de magnésium après déformation pour utilisation comme biomatériaux, These de doctoral, (2020), université de Msila.
- [15] R. Margerand, "*Texture et anisotropie des métaux et alliages déformés plastiquement*" Techniques de l'Ingénieur, ref. m605, 1981.
- [16] S.Sadi, A. Hanna, H. Azzeddine, Casimir Casas, T. Baudin, A-L. Helbert, F. Brisset, J M. Cabrera Characterization of microstructure and texture of binary Mg-Ce alloy processed by equal channel angular pressing. Materials Characterization 181(2021)111454.

الفصل الثاني: التقنيات التجريبية

1-II عرض السبيكة المدروسة

قمنا بهذا العمل على سبيكة AZ31 على شكل صفيحة معدنية سمكها 2, 2 مم الشكل (1-II)، مقدمة من طرف شركة ألمانية (Innovation Magic-magnesium). التركيب الكيميائي لسبيكة AZ31 موضح في الجدول (1-II).



الشكل 1-II: صورة السبيكة المدروسة.

الجدول 1-II: التركيب الكيميائي لسبيكة AZ31 (الوزن %).

Al	Zn	Mn	Ca	Cu	Fe	Mg
3,45	0,98	0,28	0,002	0,002	0.004	الباقى

2-II التشوه اللدن بواسطة الدرفلة

خضعت سبيكة AZ31 لتشوه لدن بواسطة الدرفلة الساخنة عند درجة حرارة 360°C حتى انخفض سمكها بنسبة 75% كما هو موضح في الشكل (2-II).



الشكل 2-II: عينات AZ31 بعد عملية الدرفلة وانخفاض سمكها بنسبة 75%.

3-II المعالجة الحرارية لإعادة البلورة

تم قطع عينات مربعة الشكل (1سم×1سم) من السبيكة المدرفلة ووضعها في الفرن عند درجة حرارة 450°C لفترات زمنية مختلفة 10 دقائق، 30 دقيقة، 1 ساعة.

لدراسة تأثير الشروط التجريبية على الخواص البنيوية والصلادة قمنا بتحضير عينة واحدة سميت "الحالة المستمرة" تم وضعها في الفرن عند درجة حرارة 450°C لمدة 10 دقائق ثم 30 دقيقة، 1 ساعة على التوالي. ومجموعة أخرى من العينات سميت "الحالة الغير مستمرة" عبارة عن ثلاث عينات ندخلها الفرن عند درجة حرارة 450°C وكل عينة لمدة زمنية محددة وهي بالترتيب 10 دقائق، 30 دقيقة، 1 ساعة.

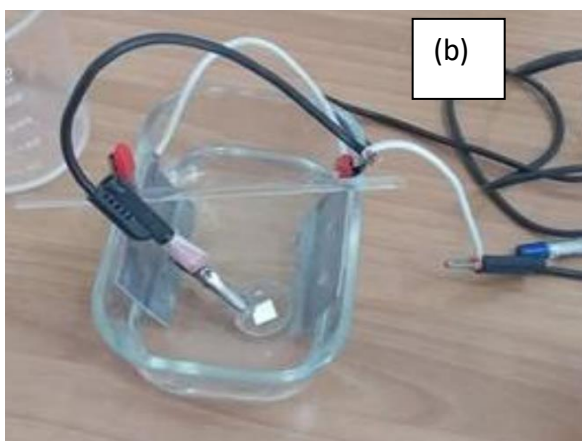
وعينة تم وضعها في الفرن عند درجة حرارة 450°C لمدة ساعة ثم وضعها مباشرة في الماء وعينة أخرى تم وضعها في نفس درجة الحرارة ولمدة ساعة أيضا وإخراجها ووضعها في الهواء وهذا لملاحظة الفرق بين العينتين وتأثير تغيير السقاية على البنية المجهرية و الصلادة للعينتين.

4-II تحضير العينات

يجب أن يكون سطح العينات محضر بشكل خاص من أجل إظهار البنية المجهرية والصلادة وهذا يكون عبر عدة مراحل منها :

1-4-II التلميع يتم التلميع في مرحلتين

- التلميع الميكانيكي هو عملية تهدف إلى جعل السطح أملس ولا مع بالحركات النسبية والضغط بين العينة وأداة الكشط ويتم التلميع الميكانيكي للعينات بواسطة أوراق كاشطة من ورق P800 إلى ورق P4000 (الشكل (a-4-II)).
- التلميع الكهربائي يحدث في درجة حرارة الغرفة يتم فيه غمر العينة في محلول يتكون من الفوسفوريك والايثانول لمدة 30 دقيقة (الشكل (b-4-II)).



الشكل-II-4: (a) التلميع الميكانيكي (b) التلميع الكهربائي.

من أجل الكشف عن البنية المجهرية في عيناتنا قمنا بما يعرف بالهجوم الكيميائي وذلك عن طريق استخدام الكاشف التالي:

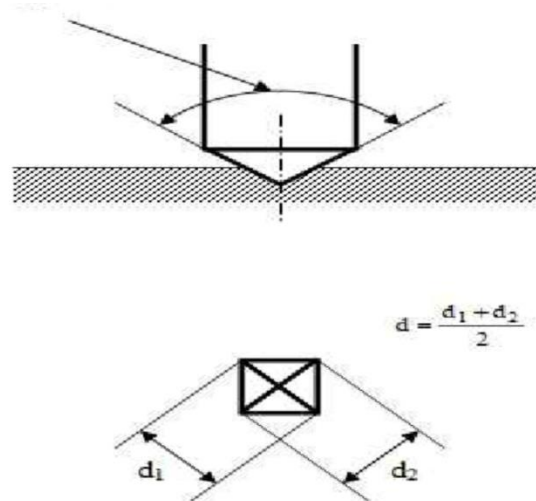
- 5 مل من حمض البيكريك
 - 100 مل من الايثانول
 - 10 مل من الماء المقطر
 - 10 مل من حمض الخليك (الخل)
- تتفع العينات لمدة لا تتجاوز خمس ثواني ثم تشطف بالايثانول.

5-II التوصيف بالمجهر الالكتروني

تمت متابعة تطور البنية المجهرية لعيناتنا مع تقدم الوقت وهذا من اجل حساب حجم الحبيبات حيث قمنا بحسابها بواسطة (inter lin cut-Matlab). تم اخذ الصور المجهرية بواسطة مجهر ميتالوجرافي متواجد بمختبر فيزياء وكيمياء المواد بجامعة المسيلة.

6-II التوصيف الميكانيكي لصلادة فيكرز (Vickers)

من الطرق المتبعة في قياس الصلادة طريقة فيكرز حيث يعتمد هذا القياس على أبعاد الانطباعات الناتجة عن تغلغل هرم ماسي تشكل وجوهه المقابلة زاوية قدرها 136° نلاحظ الشكل (5-II). تم إجراؤها في دراستنا بواسطة وزن 100 غ لمدة 10 ثواني.



الشكل 5-II: مبدأ قياس صلادة فيكرز (Vickers).

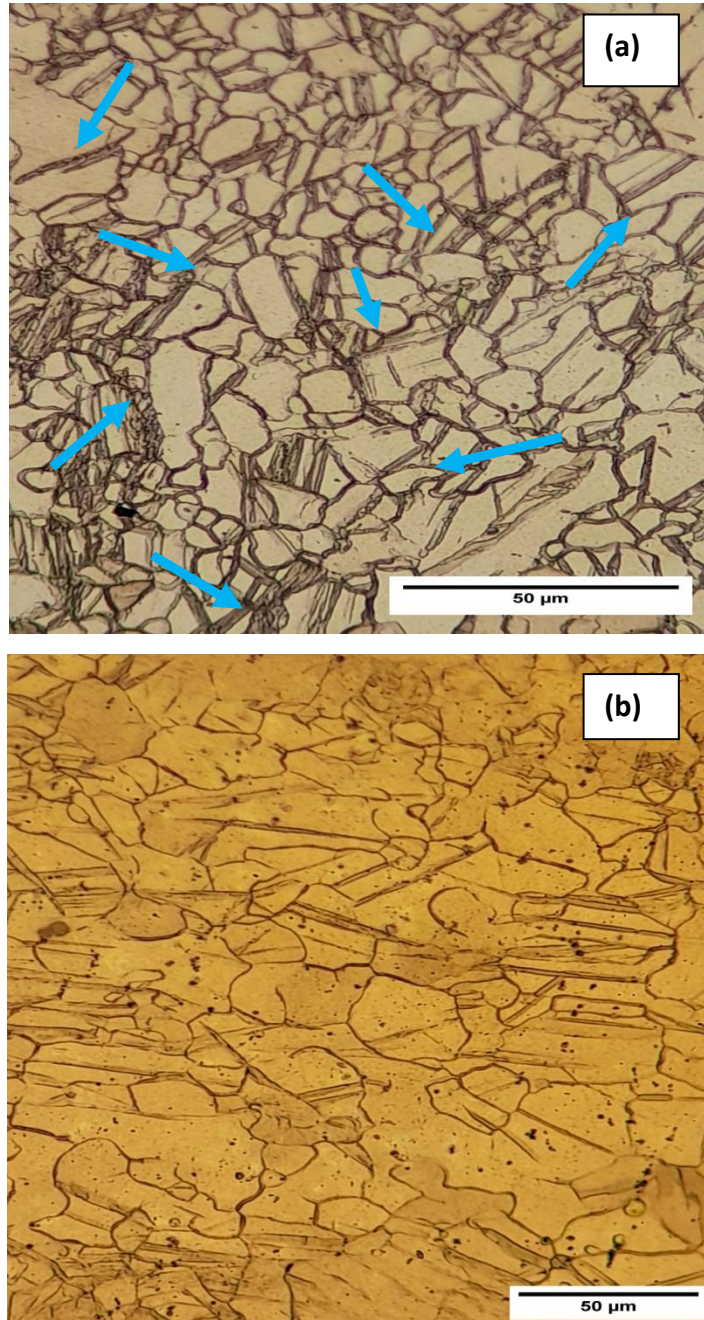
الفصل الثالث:

النتائج التجريبية ومناقشتها

1-III دراسة البنية المجهرية

1-1-III دراسة البنية المجهرية وحجم الحبيبات

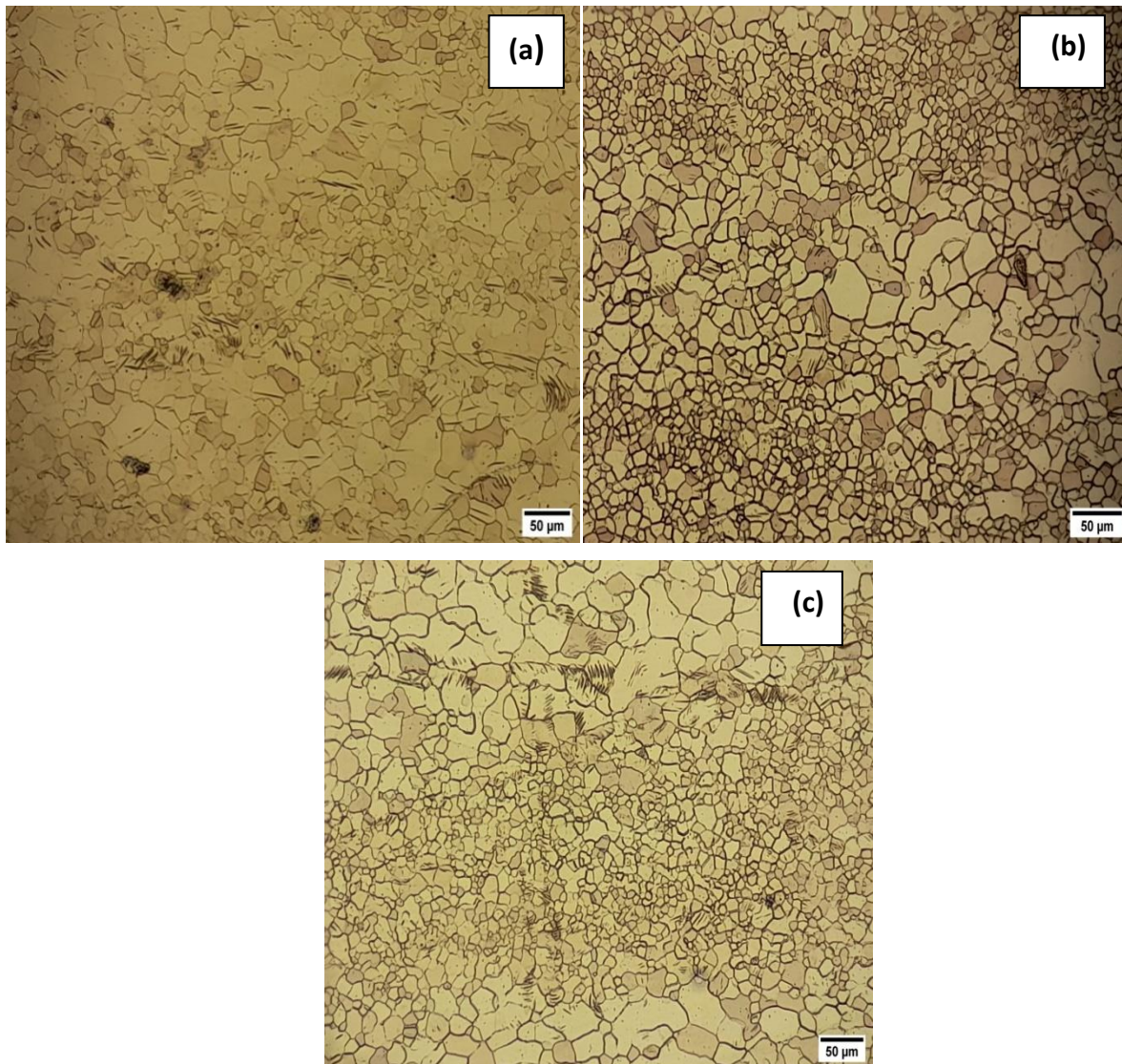
يمثل الشكل 1-III البنية المجهرية لسبيكة AZ31 للحالة الابتدائية والحالة المشوهة بالدرفلة وانخفاض سمكها بنسبة 75%. في كلتا الحالتين البنية البلورية غير متجانسة، حيث نلاحظ نسبة عالية من التوأمة بالنسبة للسبيكة في الحالة الابتدائية (مشار إليها بالاسم) مع تناقص كمية التوأمة مع التشوه بالدرفلة (الشكل b)، تناقص حجم الحبيبات من الحالة الابتدائية حيث كان حوالي $16\mu\text{m}$ إلى $10,88\mu\text{m}$. يمكننا تفسير نقص كمية التوأمة وانخفاض حجم الحبيبات بحدوث عملية إعادة البلورة على مستوى التوأمة [1, 2].



الشكل 1-III البنية المجهرية لسبيكة AZ31 (a) الحالة الابتدائية (b) الحالة المشوهة بعملية الدرفلة وانخفاض سمكها بنسبة 75%.

2-III العينة المستمرة والعينة الغير مستمرة

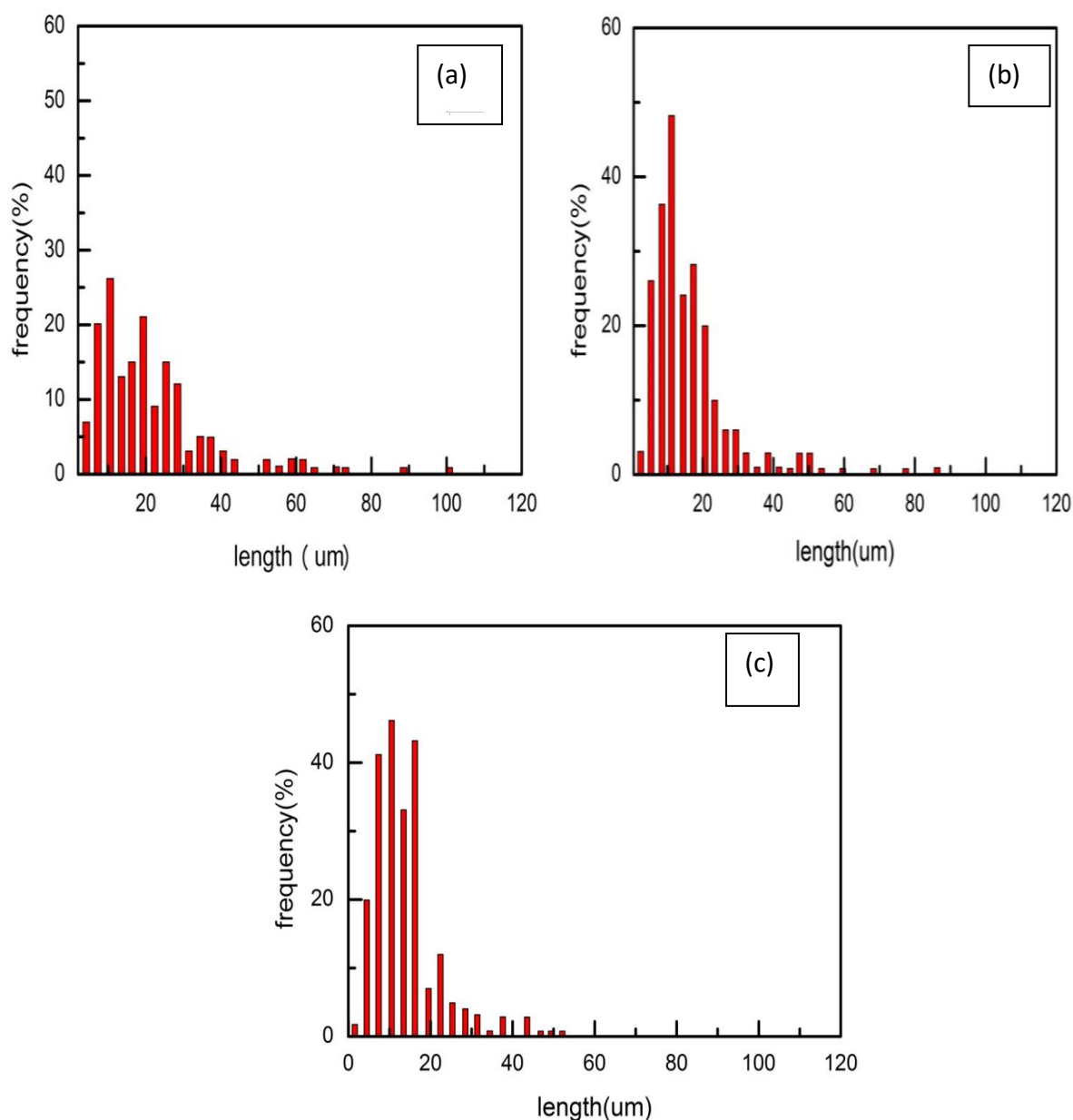
يمثل الشكل III-2 البنية المجهرية لسبيكة AZ31 المشوهة بعملية الدرفلة وانخفاض سمكها بنسبة 75% بعد المعالجة الحرارية في درجة حرارة 450°C لمدة 1 ساعة للعينة المستمرة والغير المستمرة في حالة السقاية في الهواء و في حالة سقاية الماء. حيث نلاحظ في الحالات الثلاث وجود حبيبات صغيرة وأخرى كبيرة وهي غير واضحة في الحالة المستمرة عكس حالة الماء والحالة الغير مستمرة التي كانت فيها الحبيبات واضحة جدا.



الشكل III-2 : البنية المجهرية لسبيكة AZ31 بعد الدرفلة ومعالجتها حراريا لمدة ساعة عند درجة حرارة 450°C

(a) الحالة المستمرة (b) الحالة الغير مستمرة (c) حالة الماء.

الشكل III-3 يوضح توزيعات حجم الحبيبات لسبيكة AZ31 بعد تقليل سمكها بنسبة 75% والمعاد معالجتها في درجة حرارة 450°C لمدة ساعة في الحالة المستمرة والغير مستمرة في حالة سقاية الهواء وفي حالة سقاية الماء. حيث نلاحظ من خلال التوزيعات وجود حبيبات كبيرة في الحالة المستمرة وعينة السقاية في الماء يصل حجمها إلى حوالي $100\mu\text{m}$ في حين أن توزيع حجم الحبيبات في العينة الغير مستمرة كان أكثر تجانسا. القيم المتوسطة لحجم الحبيبات في الحالات الثلاث ملخصة في الجدول (III-1).



الشكل III-3 توزيعات الحدود الحبيبية لسبيكة AZ31 المدرفلة والمعاد معالجتها لمدة ساعة في درجة حرارة 450°

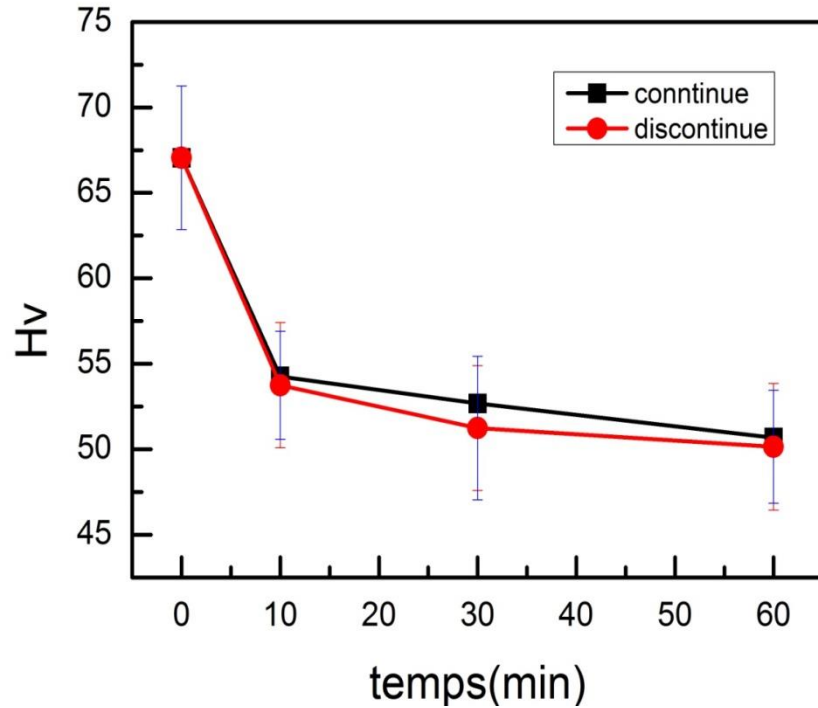
(a) الحالة المستمرة (b) حالة الماء (c) الحالة الغير مستمرة

الحالات	الحالة المستمرة	حالة الماء	الحالة الغير مستمرة
متوسط حجم الحبيبات (μm)	17,8	13,46	14,46

الجدول (III-1): متوسط حجم الحبيبات للحالات الثلاث

3-III الصلادة

يمثل الشكل III-4 تطور الصلادة لسبيكة AZ31 بعد التشوه وإعادة بلورتها في الحالة الغير مستمرة والحالة المستمرة لمدة 0 دقيقة، 10 دقيقة، 30 دقيقة، 1 ساعة في درجة حرارة 450°C، حيث نلاحظ أن القيم في الحالتين متقاربة جدا وأن الصلادة تتناقص بتزايد الزمن.



الشكل III-4: تطور الصلادة لسبيكة AZ31 بعد التشوه ومعالجتها في الحالة المستمرة والغير مستمرة وفي مجالات زمنية مختلفة عند 450°C.

هناك علاقة تجمع بين الصلادة وتجانس المادة وهي كالتالي [3]:

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

حيث

Hv: قيمة الصلادة لكل عينة

n : عدد قياسات الصلادة لكل عينة

Hv_{ave} : متوسط قيمة الصلادة

علما أن كل ما قلت قيمة معامل التجانس (IF) زاد تجانس المادة.

الجدول III-2 يلخص متوسط الصلادة ومعامل التجانس (IF) للحالات الثلاث، نلاحظ أن أصغر قيمة لمعامل التجانس ظهرت في الحالة الغير مستمرة ويليه الحالة المستمرة ثم أعلى قيمة سجلت في عينة الماء وهذا دليل على عدم التجانس. ومن هذه النتائج نستطيع القول أن سقاية الهواء أحسن من سقاية الماء.

حالة الماء	الحالة الغير مستمرة	الحالة المستمرة	الحالة
52,53	50,15	50,68	Hv
2,34	1,44	1,68	If (1h)

الجدول III-2 متوسط الصلادة ومعامل التجانس (IF) للحالات الثلاث.

المراجع

- [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, 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] E. Rafizadeh, A. Mani, M. Kazeminezhad, The effects of intermed postannealing phenomena on the mechanical properties and microstructure constrained 162-168groove pressed copper sheet, Mater. Sci. Eng. A 515(2009)

الخاتمة العامة

الخاتمة

الهدف من العمل الذي قمنا به هو دراسة البنية المجهرية والخواص الميكانيكية لسبيكة AZ31 (Mg-3Al-1Zn) بالدرفلة على الساخن وانخفاض سمكها بنسبة 75%، ثم معالجتها حراريا في 450°C وفي أزمنة مختلفة 10 دقائق، 30 دقيقة، 1 ساعة، تحت شروط تجريبية مختلفة كاستعمال عينة أو مجموعة من العينات والتغيير في حالة السقاية.

كانت النتائج المتحصل عليها كالتالي :

- تناقص حجم الحبيبات الأولي بعد المعالجة الحرارية وكانت البنية المجهرية واضحة في حالة الماء والحالة الغير مستمرة في حين أنها كانت غير واضحة في الحالة المستمرة.
- بعد المعالجة الحرارية لوحظ تناقص الصلادة بتزايد الزمن بفعل إعادة البلورة.
- ظهر تأثير الشروط التجريبية على البنية المجهرية فقط.

الملخص

الهدف من هذا العمل هو دراسة البنية المجهرية وتطور صلادة فيكرز لسبيكة AZ31 (Mg-3Al-1Zn) (بالوزن%) المشوهة بالدرفلة على الساخن والملدنة عند 450°C لمدة 10 دقيقة، 30 دقيقة و 1 ساعة تحت ظروف تجريبية مختلفة كاستعمال عينة واحدة أو عدة عينات لقياس الصلادة أو التبريد في الهواء أو الماء. أظهرت النتائج أن الصلادة ليست حساسة لظروف التجربة إلا في حالة التبريد بالماء الذي يسبب عدم تجانس البنية المجهرية في السبيكة. من ناحية أخرى، وجد أن البنية المجهرية حساسة للغاية لظروف التجربة.

الكلمات المفتاحية: AZ31 ، مغنيسيوم، بنية مجهرية، تشوه، صلابة فيكرز، إعادة التبلور

Résumé

Le but de ce travail est l'étude de l'évolution de la microstructure et la microdureté Vickers de l'alliage AZ31 (Mg-3Al-1Zn, % en poids) déformé à chaud par laminage et recuit à 450 °C pendant 10, 30 et 60 min sous différentes conditions expérimentales comme l'utilisation d'un seul ou plusieurs échantillons pour la mesure de la microdureté ou faire la trempe à l'air ou dans l'eau. Les résultats montrent que la microdureté n'est pas sensible aux conditions expérimentales sauf dans le cas de la trempe à l'eau qui cause une hétérogénéité microstructurale à l'alliage. Par contre, la microstructure a été trouvée très sensible aux conditions expérimentales.

Mots clés : AZ31, magnesium, microstructure, déformation, microdureté Vickers, recristallisation

Abstract

This work aims to study the evolution of the microstructure and the Vickers microhardness of the AZ31 alloy (Mg-3Al-1Zn, wt. %) after hot-rolling and annealing at 450°C for 10, 30, and 60 min under different experimental conditions such as the use of a single or several samples for the measurement of microhardness or quenching in the air or water. The results show that the microhardness is not sensitive to the experimental conditions except in the case of water quenching which causes a microstructural heterogeneity in the alloy. On the other hand, the microstructure was found to be very sensitive to the experimental conditions.

Keywords: AZ31, magnesium, microstructure, deformation, Vickers microhardness, recrystallization