

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/27/2021

مذكرة مقدمة لنيل شهادة الماستر أكاديمي

إعداد الطالب(ة): أمنة مجادي

تحت عنوان

تطور بعض متغيرات البنية المجهرية لسبيكة المغنيزيوم

المشوهة والملدنة

تمت المناقشة يوم / / 2021/ أمام اللجنة المكونة من:

رئيسا

جامعة المسيلة

صباح فتاح

مشرفا و مقرا

جامعة المسيلة

هبة عز الدين

مناقشا

جامعة الجلفة

يوسف إسلام بورزق

السنة الجامعية: 2021/2020



شكر وتقدير

الحمد لله حمدا كثيرا على عظيم فضله وكثير عطائه لأنه وفقني لإتمام هذا

البحث، والصلاة على نبينا محمد صلى الله عليه وسلم.

أتوجه بخالص عبارات الشكر وأسمى معاني التقدير والاحترام إلى أستاذتي

المشرفة الاستاذة "هبة عزالدين"، التي أشرفت على هذا البحث وتابعت

خطواته ومراحل إنجازه.

كما لا يفوتني أن أتوجه بالشكر إلى اللجنة المناقشة.

وأقدم بالشكر الجزيل إلى صديقتي وأختي "شروق لبنى شرقي".

إهداء

أحمدك ربي حمدا يليق بجلال وجهك وعظيم سلطانك
لا يسعني في هذا المقام إلا أن اهدي ثمرة جهد هذا العمل المتواضع
إلى من حاكت سعادتي بخطوط منسوخة من قلبها إلى من أنارت دربي
بدعائها الذي كان سر نجاحي "أمي الحبيبة" حفظها الله واطال عمرها.
إلى سقف البيت الذي علمني الصمود مهما كانت الصعوبات، والذي
أرشدني إلى طريق النجاح إلى من سعى وشقي لأنعم بالراحة والهناء إلى
"ابي العزيز" أطال الله في عمره.

إلى من حبهم يجري في عروقي إلى سندي في هذه الحياة "عائلتي
الكريمة" وإلى كل من يحمل لقب مجادي وكل من يفرحون لسعادتي
ويحزنون لحزني، وإلى كل من تذوقت معهم أجمل اللحظات صديقاتي
سواء في الدراسة أو حياتي الخاصة، إلى من أثار طريقي في سبيل
تحصيل العلم أساتذتي عبر كل المراحل الدراسية، إلى كل هؤلاء اهدي
ثمرة جهدي.

أمنة

فهرس المحتويات

شكر وتقدير

إهداء

أ..... مقدمة عامة

أ..... المراجع

الفصل الأول: الدراسة النظرية

الجزء A: تشوه المواد في البنية السداسية

5..... المقدمة

5..... 1-A-1 طرق التشوه اللدن

5..... a-1-A-1 الدرفلة

6..... 2-A-1 آليات التشوه في البنية السداسية

6..... 1-2-A-1 نظام الانزلاق في البنية السداسية HCP

7..... a.1.2.1 نظام الانزلاق في المغنسيوم وسبائكه

8..... 2-2-A-1 التوأمة

9..... a-2-2-A-1 أنواع التوأمة

الجزء B: تطور البنية المجهرية وظاهرة إعادة البلورة بعد التشوه المرن في المواد سداسية الشكل

15..... المقدمة:

15..... 1-B-1 الترميم

15..... 2-B-1 إعادة البلورة

17..... 2-B-1 نمو الحبيبات

18..... المراجع

الفصل الثاني: التقنيات التجريبية

- 1-11 عرض السبيكة المدروسة 19
- 2-11 التشوه اللدن عن طريق الدرفلة 20
- 3-11 المعالجة الحرارية لإعادة البلورة 20
- 4-11 التقنيات الوصف 21
- 1-4-11 المجهر الالكتروني 21
- 2-4-11 حيود الاشعة السينية 22

الفصل الثالث: النتائج التجريبية ومناقشتها

- 1-111 دراسة البنية المجهرية 24
- 1-1-111 دراسة البنية المجهرية للحالة الاولية 24
- 2-1-111 دراسة البنية المجهرية في الحالة المشوه 25
- 3-1-111 دراسة البنية المجهرية لإعادة البلورة 26
- الخاتمة العامة 31

قائمة الأشكال

- الشكل A-I-1: يوضح عملية الدرفلة. 5.....
- الشكل A-I-2: يوضح علاقة شمييه للانزلاق وإسقاط القوة المطبقة على مستوى الانزلاق. 6.....
- الشكل A-I-3: مختلف أنماط التشوه في نظام المنغيزيوم: 8.....
- الشكل A-I-4: يمثل التوأمة في نظام السداسي مع $c/a < 1.73$. 9.....
- الشكل A-I-5: التوأم الانضغاط في نظام المنغيسيوم. 10.....
- الشكل A-I-6: توأم التوتر في نظام المنغيسيوم. 10.....
- الشكل A-I-7: تأثير درجة الحرارة على قيم CRSS لأنظمة الانزلاق في سبائك المنغيسيوم. 12.....
- الشكل A-I-8: يوضح البنية المجهرية المشوه. 13.....
- الشكل B-I-1: المراحل المختلفة لعملية الترميم وإعادة البلورة. 16.....
- الشكل B-I-2: فحص البنية المجهرية والملمس لسبائك Mg-1Gd (بالوزن %) المشوهة عند 350 درجة مئوية و الملدن عند درجة حرارة 500° في أوقات مختلفة من 1 إلى 80 دقيقة و وجد ان الحبيبات عند $t < 80min$ تنمو طبيعي بحجم $D > 40um$ بينما تنمو الحبيبات عند $t > 80min$ مر بشكل غير طبيعي $D > 200um$. 18.....
- الشكل II-1: يوضح صورة لصفحة السبيكة المدروسة. 19.....
- الشكل II-2: سبيكة AZ31 بعد الدرفلة على الساخن وانخفاض سمكها بنسبة 70%. 20.....
- الشكل II-3: صورة الفرن المستخدم. 21.....
- الشكل II-4: صورة المجهر الإلكتروني FEG-SEM. 22.....

- الشكل III-1: البنية المجهرية لسبائك AZ31 في الحالة الاولية. 24
- الشكل III-2: طيف انعراج الأشعة السينية (DRX) لسبيكة AZ31 في الحالة الأولية. 25
- الشكل III-3: (a) البنية المجهرية لسبائك AZ31 بعد التشوه بواسطة التشوه على الساخن وانخفاض سمك المادة بنسبة 70%، (b) البنية المجهرية لسبائك AZ31 باستخدام طريقة GOS. 26
- الشكل III-4: البنية المجهرية لسبيكة AZ31 بعد التشوه والمعاد بلورتها. 27
- الشكل III-5: البنية المجهرية GOS لسبائك AZ31 باستخدام طريقة GOS في حالة إعادة البلورة عند درجة حرارة 350° وفي أزمنة مختلفة. 28
- الشكل III-6: توزيعات زوايا بين الحدود الحبيبية لسبيكة AZ31 في حالة إعادة البلورة المتحركة عند درجة حرارة 350° وفي أزمنة مختلفة. 29

قائمة الجداول

جدول I-A-1: نظام الانزلاق في المغنيزيوم وسبائكه. 7

جدول I-A-2: العوامل المؤثرة على تفعيل أنظمة الانزلاق والتوأمة في المغنسيوم وسبائكه. 11

جدول II-1: التركيب الكيميائي لسبيكة AZ31 19

جدول III-1: الحجم المتوسط للحبيبات المعاد بلورتها عند 350° 28

مقدمة عامة

مقدمة عامة

خلال العهد الماضي، كان المغنيزيوم وسبائكه موضوع اهتمام ملحوظ في صناعة السيارات والالكترونيات وحتى صناعة الطائرات [1].

تم استخدام سبيكة المغنيزيوم Mg المحتوية على الالمنيوم والزنك مثلا (Mg-3Al-1Zn)، بالوزن % على نطاق واسع في الصناعات المذكور أعلاه بسبب كثافتها النوعية المنخفضة [2].

إن استخدام سبائك المغنيزيوم كمواد إنشائية محدودة نوعا ما مقارنة بسبائك الالمنيوم، نظرا لعدم قدرتها على التشكيل في درجة حرارة الغرفة بسبب التركيب البلوري السداسي [3].

يعتبر تعديل البنية المجهرية لسبيكة المغنيزيوم عن طريق المعالجة الحرارية الميكانيكية، وسيلة فعالة لتحسين قدرتها على التشكل بشكل كبير. يتم تحقيق ذلك عادة من خلال تفعيل أنماط الانزلاق غير القاعدية، عن طريق التحكم في تنشيط التوأمة وحدوث عملية إعادة البلورة [4-9].

الهدف من هذا العمل هو دراسة حركية إعادة التبلور ونمو الحبيبات في السبيكة Mg-(AZ31 3Al-1Zn، بالوزن %) بعد الدفلة على الساخن عند درجة 360° وانخفاض سمكها بنسبة 70%، ومعالجتها حراريا في 350° في أوقات 5 دقائق، 30 دقيقة و24 ساعة.

ولهذا تتمحور الاطروحة على ثلاثة فصول: الفصل الأول الذي ينقسم إلى جزأين، الجزء الأول يقدم اعتبارات عامة حول التشوهات واليات التشوه والجزء الثاني يقدم إعادة بلورة سبائك المغنيزيوم، يعرض الفصل الثاني الشروط التجريبية. والفصل الثالث يعرض جميع نتائج التي تم الحصول عليها ومناقشتها، وفي النهاية خاتمة تحتوي على أهم النتائج.

المراجع

[1] S. Schumann, H. Friedrich, Current and future use of magnesium in the automobile industry, in: Materials Science Forum, Trans Tech Publications Ltd., Zurich-Uetikon, Switzerland, 2003, 51-56.

- [2] J. Carter, R. Verma, P.E. Krajewski, Mechanical Behavior of AZ31 Sheet Materials at Room and Elevated Temperature, (2008) 69-74.
- [3] 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.
- [4] 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.
- [5] T. Al-Samman, G. Gottstein, Dynamic recrystallization during high temperature deformation of magnesium, Materials Science and Engineering, 490 (2008) 411-420.
- [6] 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.
- [7] 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.
- [8] 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.

الفصل الأول

الدراسة النظرية

الجزء A

نشوء المواد في البنية

السداسية

المقدمة

عندما تتعرض مادة متعددة البلورات لعمل ميكانيكي خارجي يحدث تشوه لدن يتم هذا التشوه عن طريق انزلاق المستويات البلورية وعن طريق التوأمة. يؤدي التشوه اللدن إلى تغيير المادة المشكلة وبالتالي يتسبب في تعديل كبير جدا في البنية المجهرية والملمس.

1-A-I طرق التشوه اللدن

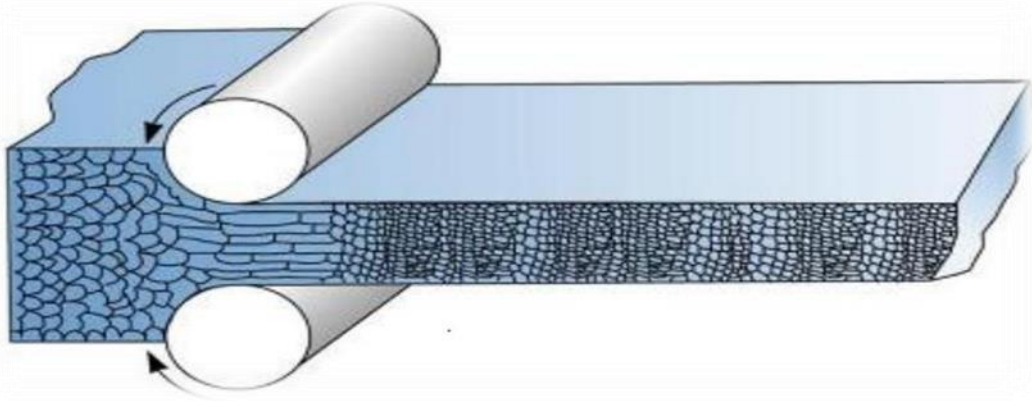
a-1-A-I الدرفلة

الدرفلة هي عملية تشوه لدن، يتم الحصول عليها عن طريق الضغط المستمر عند تمرير صفيحة معدنية بين اسطوانتين متعاكستين (تدوران في اتجاهين متعاكسين لبعضهما البعض) كما موضح في الشكل (1-A-I). وتهدف إلى تقليل سمك المادة والحصول على منتج مسطح.

ويعطي سمك المادة بالمعادلة التالي:

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

e_0 : سمك العينة قبل الدرفلة و e_f : سمك العينة بعد الدرفلة



الشكل 1-A-I: يوضح عملية الدرفلة.

ويوجد نوعين لدرفلة هما:

الدرفلة على الساخن: إن الدرفلة على الساخن تقلل بسرعة من سماكة المادة عند درجة حرارة عالية

أعلى من درجة حرارة إعادة البلورة، وتسبب زيادة ليونة المادة وتجنب خطر الكسر.

الدرفلة على البارد: تكون الدرफلة على البارد في درجة حرارة الغرفة أو في درجة حرارة قريبة منها، أقل من درجة حرارة إعادة التبلور، وتحتاج إلى جهد أكبر وطاقة عالية.

2-A-I آليات التشوه في البنية السداسية

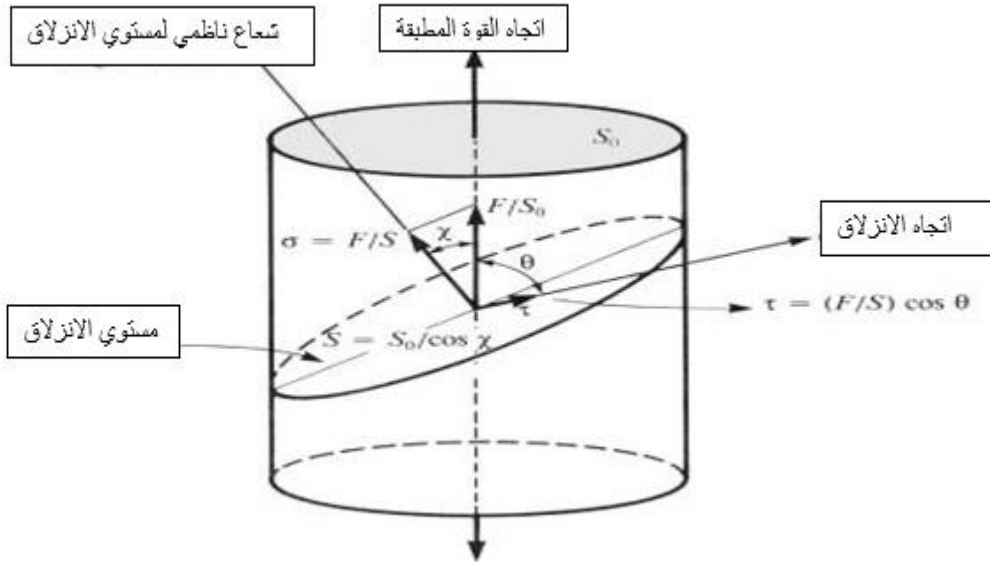
1-2-A-I نظام الانزلاق في البنية السداسية HCP

يعرف نظام الانزلاق بالاتجاه الانزلاق ومستوي الانزلاق (الشكل 2-A-I)، وهو المستوي الأكثر كثافة في الشبكة لاحتوائه على الأشعة الأكثر كثافة ومن جهة أخرى هو المستوي الأكثر قابلية للانزلاق، كل مستوي وشعاع الانزلاق يعرفان بنظام الانزلاق.

ويكون الانزلاق حسب علاقة شميد:

$$\tau = \frac{F}{S_0} \cos \theta \cos \chi \quad (2)$$

حيث يمثل $\cos \theta \cos \chi$ معامل شميد للانزلاق.



الشكل 2-A-I: يوضح علاقة شميه للانزلاق وإسقاط القوة المطبقة على مستوي الانزلاق.

a-1-2-A-I نظام الانزلاق في المغنسيوم وسبائكه

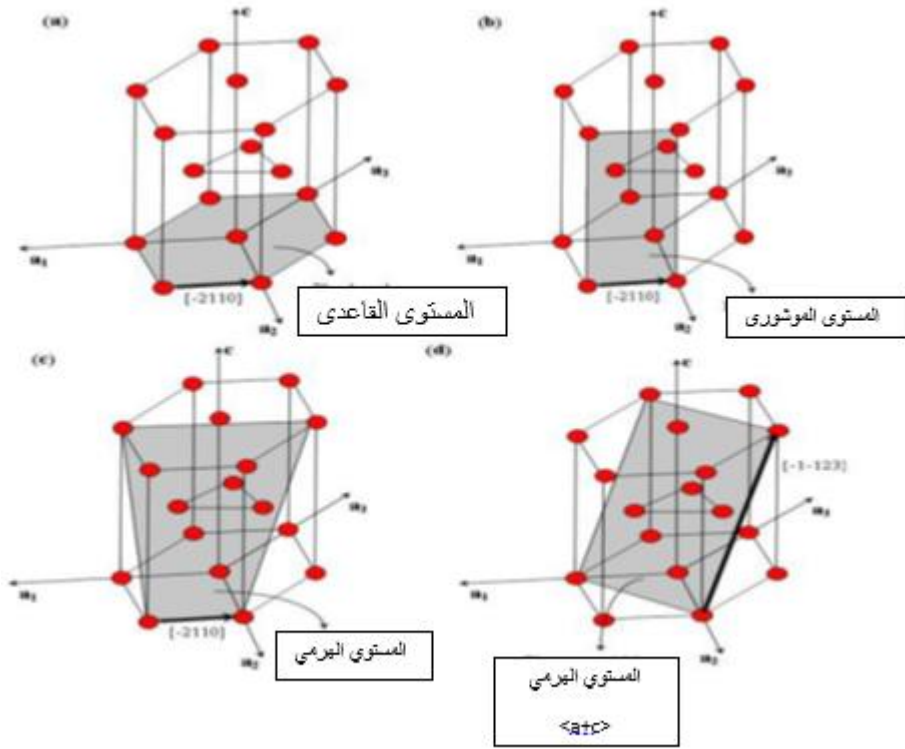
يكون نظام الانزلاق في البنية السداسية كما هو مبين في الجدول التالي:

جدول 1-A-I: نظام الانزلاق في المغنسيوم وسبائكه [1].

اتجاه الانزلاق	مستوي الانزلاق	شعاع Burgers
$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	قاعدي (0001)	$\langle a \rangle$
$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	موشوري (10 $\bar{1}0$)	$\langle a \rangle$
$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	هرمي (10 $\bar{1}1$)	$\langle a \rangle$
$\langle 11\bar{2}3 \rangle$	هرمي (11 $\bar{2}2$)	$\langle a+c \rangle$

إن أنظمة الانزلاق القاعدية والموشورية والهرمية من النوع الاول لها اتجاهات عمودية على المحور c، وتعرف بأنظمة الانزلاق $\langle a \rangle$ حيث لا تقبل الضغط أو الشد على طول المحور c لأنه غالبا ما يؤدي إلى كسر المواد في درجة حرارة الغرفة.

الانواع الثلاثة الاولى من الانزلاق (القاعدي، والموشوري، والهرمي من النوع الاول) لها نفس اتجاه الانزلاق. أما نظام الانزلاق الهرمي من النوع الثاني له اتجاه انزلاقي خارج المستوي الأساسي والذي يسمح للمادة بالتشوه في الاتجاهات الثلاثة.



الشكل 3-A-I: مختلف أنماط التشوه في نظام المنغنيزيوم:

- (a) الانزلاق القاعدي (0001) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ، (b) الانزلاق الموشوري (10 $\bar{1}0$) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ، (c) الانزلاق الهرمي (10 $\bar{1}1$) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ، (d) الانزلاق الهرمي (11 $\bar{2}2$) $\langle 11\bar{2}3 \rangle$.

2-2-A-I التوأمة

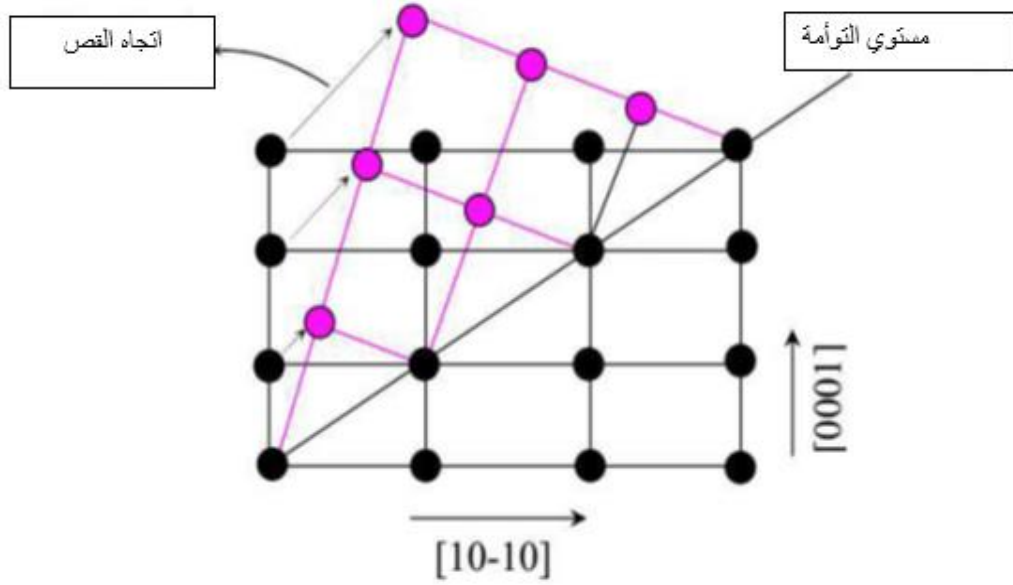
هناك طريقة اخري يتم بواسطتها ظاهرة التشوه اللدن في المعادن وهي حدوث التشوه بواسطة

التوأمة.

وهي طريقة القص البلوري ينتج عنها جزأين متماثلين، الجزء الاول مشوه والأخر غير مشوه، يطلق

على المستوي بين الجزأين المنفصلين بالمستوي التوأمة ويسمى اتجاه القص للذرات باتجاه التوأمة (أنظر

في الشكل 4-A-I). ويمكن القول بان التوأمة لا تحفظ الاتجاه البلوري بينما انزلاق يحافظ عليه.



الشكل 4-A-I: التوأمة في نظام السداسي مع $3c/a < 1.73$.

الدوائر السوداء تمثل مواقع الذرات قبل التوأمة والدوائر الوردية تمثل مواقع الذرات بعد التوأمة.

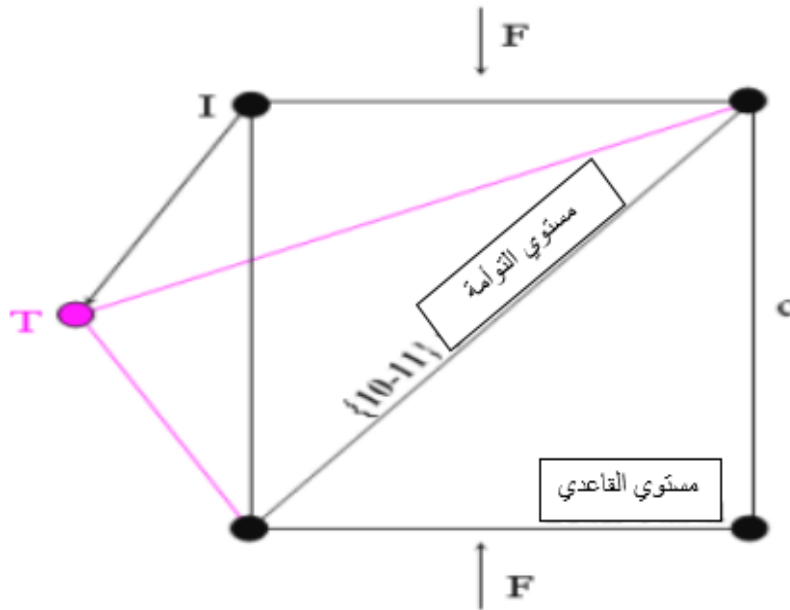
a-2-2-A-I أنواع التوأمة

في حالة سبائك المنغنيزيوم، يمكن تصنيف التوأمة إلى ثلاث أنواع:

توأمة الانضغاط $(10\bar{1}1)$ $< 10\bar{1}2 >$: يؤدي إلى انكماش على طول المحور C، وامتدادا على

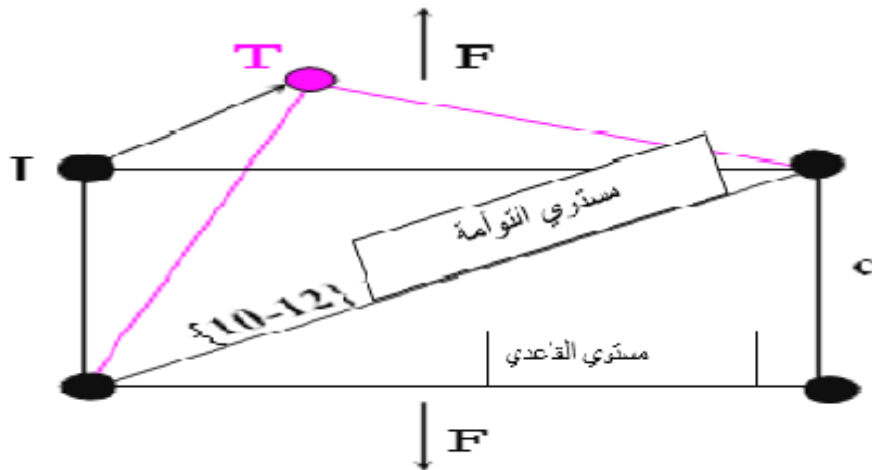
المحور العمودي على المحور C (الشكل 5-A-I). ويدور المستوي بمقدار 56.2° حول

الاتجاه $< 11\bar{2}0 >$ بحيث يكون شكل التوأمة يكون كما يلي:



الشكل 5-A-I: التوأم الانضغاط في نظام المغنيزيوم.

توأم التوتر $(10\bar{1}2) <10\bar{1}1>$: يؤدي هذا النوع من التوأمة إلى الامتداد على طول المحور c ويسمى أيضا التوأم الممتد، وهي ملحوظة في المغنيزيوم وسبائكها وتكون على المستوي $(10\bar{1}2)$ وعلى طول الاتجاه $<10\bar{1}1>$. كما هو موضح في الشكل التالي:



الشكل 1-A-I: توأم التوتر في نظام المغنيزيوم.

جميع أنظمة المغنيسيوم الممكنة مع محورها/ الزاوية المحصورة بين الحدود الحبيبية ملخصة في

الجدول التالي:

جدول 2-A-I: العوامل المؤثرة على تفعيل أنظمة الانزلاق والتوأمة في المغنيزيوم وسبائكه [4].

نوع التوأمة	الزاوية المحصورة بين الحدود الحبيبية / المحور
{10-11}	$\langle 1-210 \rangle 56^\circ$
{10-12}	$\langle 1-210 \rangle 86^\circ$
{10-13}	$\langle 1-210 \rangle 64^\circ$

توجد عدة عوامل مؤثرة على نظام الانزلاق والتوأمة في المواد ذات البنية السداسية منها:

تأثير حجم الحبيبة: عندما ينقص حجم الحبيبة يصبح تنشيط التوأمة أكثر صعوبة.

تأثير العنصر المذاب: يلعب العنصر المذاب دورا مهما، لأنه يتسبب في حدوث تغير في نسبة

c/a ، وهذا يؤدي إلى تغيير آلية التشوه، على سبيل المثال، تتراوح قيمة الانقسام الحرج للانزلاق القاعدي

في المغنيسيوم النقي بين (0.45-0.81 MPa) بينما سبيكة Mg-3Al-1Zn (وزنا%) تصبح أكبر

(10-45 MPa) [5].

تأثير نسبة c/a : في درجات الحرارة المنخفضة، تتشوه مواد hcp بواسطة الانزلاق القاعدي إذا

كانت نسبة c/a قريبة من القيمة المثالي ($c/a=1.633$) أو تتجاوزها كما هو الحال في المغنيسيوم

($c/a=1.624$). وتتشوه المواد ذات القيمة الأقل من القيمة المثالية للانزلاق الموشوري أو الهرمي بشكل

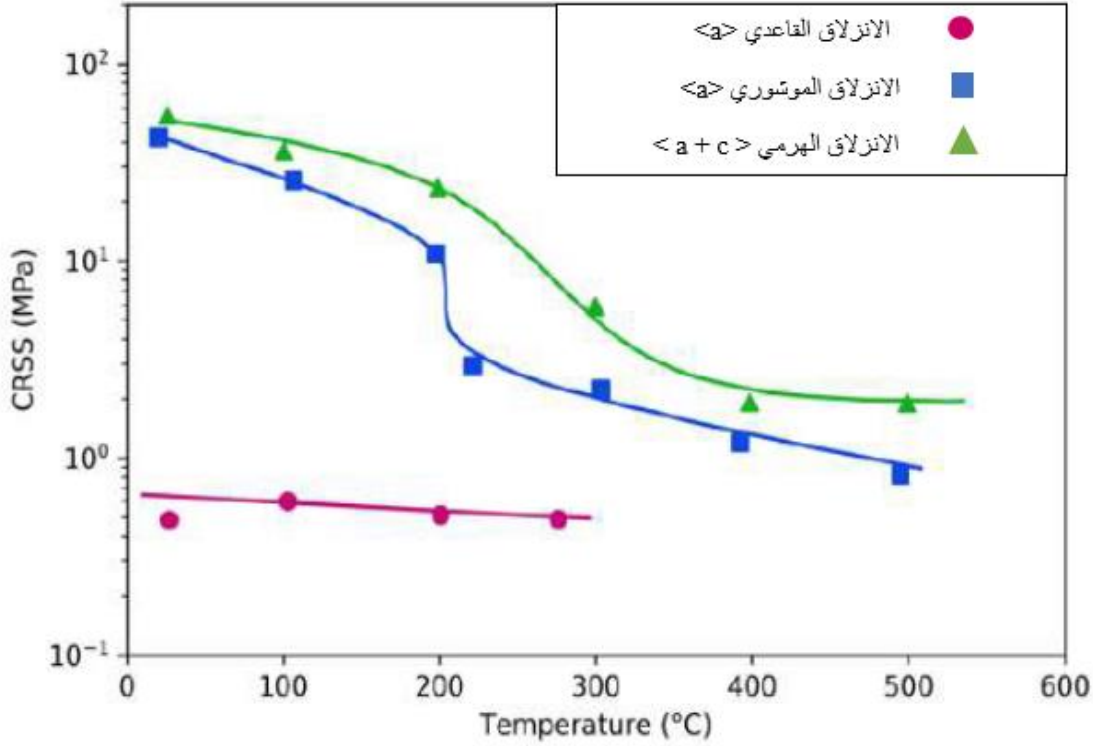
عام [6].

تأثير درجة حرارة التشوه: إن الانزلاق القاعدي $\langle a \rangle$ والتوأمة هما من آليتي التشوه السائد في درجة

حرارة الغرفة. لخص بارنيت دراسة تأثير درجة الحرارة على قيم الانقسام الحرج CRSS Critical

Resolved Shear Stress (scission résolue critique) للمغنيسيوم، الشكل A-8 يوضح

تنشيط الانزلاق القاعدي والموشوري والهرمي يعتمد بشدة على درجة حرارة التشوه، كلما زادت درجة الحرارة، كلما انخفضت قيم CRSS للانزلاق، وهذا يعني أن التشوه على الساخن هو الأكثر تكيفاً [7].

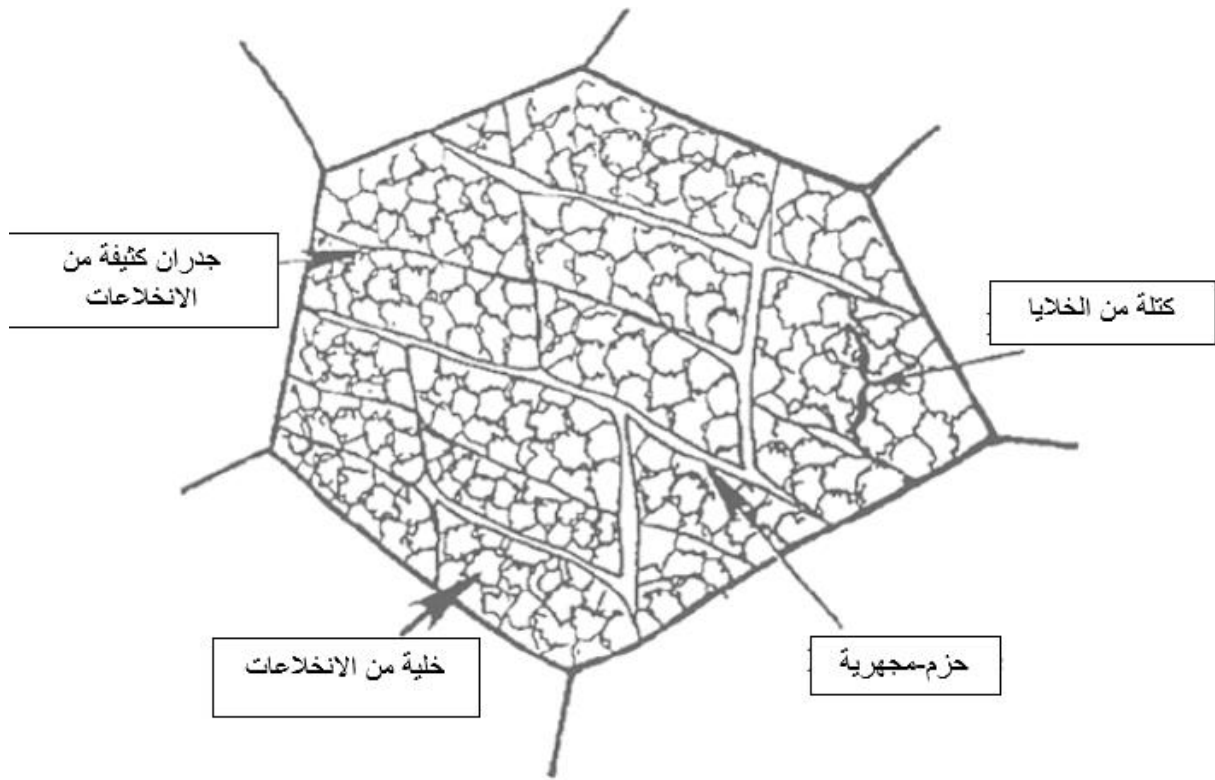


الشكل A-I-2: تأثير درجة الحرارة على قيم CRSS لأنظمة الانزلاق في سبائك المغنسيوم [7].

A-I-4-التغيرات المجهرية أثناء التشوه الدن

عندما تتعرض مادة متعددة البلورات لضغط ميكانيكي خارجي يحدث تشوه لدن، ينتج عن طريق انزلاق الإنخلاعات أو/والتوأمة الميكانيكية. يسمح هذا التشوه بإحداث تطور مهم في البنية المجهرية التي تسمى البنية المجهرية المشوه.

خلال المرحلة الأولى من التشوه، تنقسم الحبيبات، وتتغير في الشكل والحجم، مما يؤدي إلى تكوين نسيج مورفولوجي مع زيادة نسبة السطح/حجم الحبيبية، وبالتالي زيادة كثافة السطح، تظهر البنية التحتية للانخلاعات داخل الحبيبات اعتماداً على اتجاهها البلوري [8].



الشكل 8-A-I: يوضح البنية المجهرية المشوهة [9].

الجزء B:

تطور البنية المجهرية وظاهرة إعادة البلورة بعد التشوه المرن في
المواد سداسية الشكل

المقدمة:

إن تشوه المادة يؤدي إلى زيادة كثافة العيوب (مثل الانخلاعات) وهذا يؤدي إلى زيادة الطاقة المخزنة وهذه الحالة هي حالة عدم التوازن الديناميكي الحراري. تعمل المعالجة الحرارية على تحرير الطاقة المخزنة بإخفاء العيوب أو إعادة توزيعها. ونتيجة لذلك تسترجع المادة الخواص التي تؤهلها لتشكل مرة أخرى من خلال الترميم وإعادة البلورة.

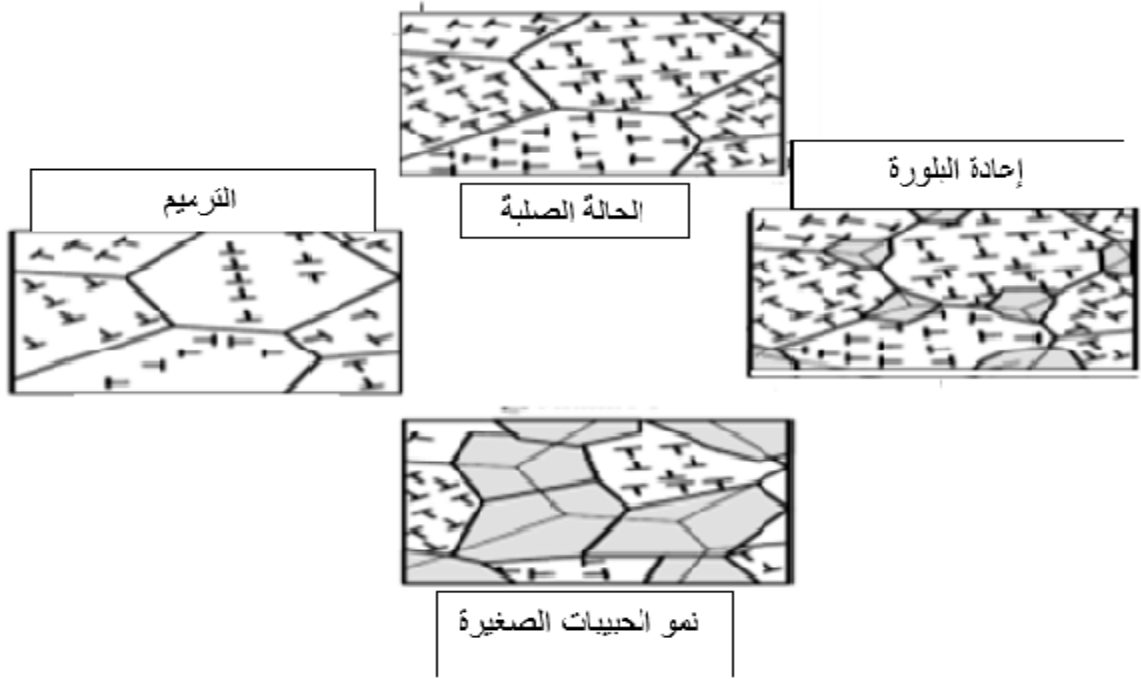
1-B-I الترميم

تتم عملية الترميم من خلال تقليل الكثافة الاجمالية للانخلاعات وإعادة ترتيبها في المفاصل الفرعية، دون تغيير في الخواص الفيزيائية والكيميائية للمادة والبنية المجهرية، وتتم بشكل أسرع وعند درجة حرارة منخفضة.

2-B-I إعادة البلورة

هي عملية يتم من خلالها استبدال الحبيبات المشوهة بمجموعة جديدة من الحبيبات الغير مشوهة والتي تنمو حتى يتم استهلاك الحبيبات بالكامل، عادة ما يكون التبلور مصحوبا بانخفاض في صلادة المادة وزيادة في لوينتها [10].

لخص الشكل 1-B-1 عملية الترميم وإعادة البلورة المذكورة أعلاه:



الشكل 1-B-I: المراحل المختلفة لعملية الترميم وإعادة البلورة.

ويوجد نوعين من آليات إعادة التبلور الساكنة والمتحركة:

- إعادة البلورة الساكنة

عندما تتشوه المادة على البارد وتتعرض بعد ذلك للمعالجة الحرارية، تظهر حبيبات بلورية جديدة في الموضع الذي يكون فيه كثافة الطاقة للعيوب عالية، وفي نفس الوقت تكبر الزوايا المحصورة بين الحدود الحبيبية [11]، تحت تأثير الطاقة المخزنة التي تعمل كقوة دافعة في حالة التشوه على البارد.

- إعادة البلورة المتحركة

في حالة التشوه على الساخن لسبائك المعدنية (أي عند درجة حرارة تصل إلى 0.7 مرة أو تزيد عن درجة حرارة الانصهار) [12]، ينخفض تماسك المادة تدريجياً مع زيادة التشوه. أثناء التشوه، تزيد كثافة الانخلاعات بانتظام مع الحبيبات، مما يسمح في النهاية بتكوين وتطور حبيبات صغيرة وجديدة.

3-B-I نمو الحبيبات

يوجد نوعين من نمو الحبيبات، وهما الطبيعي والغير طبيعي، وتسمى أيضا إعادة البلورة الثانوية.

- النمو الطبيعي: عند اكتمال عملية إعادة البلورة الأولية، يمكن القول انه هناك نمو طبيعيا ومتماثلا تقريبا للحبيبات المعاد بلورتها تحت درجة الحرارة، يتم إعطاء حركة نمو الحبيبات الطبيعي بالمعادلة التالي [13]:

$$d^n = d_R^n + k^t \quad (3)$$

حيث:

k : هو ثابت

d_R : هو حجم الحبيبة المعاد بلورتها

t : الزمن

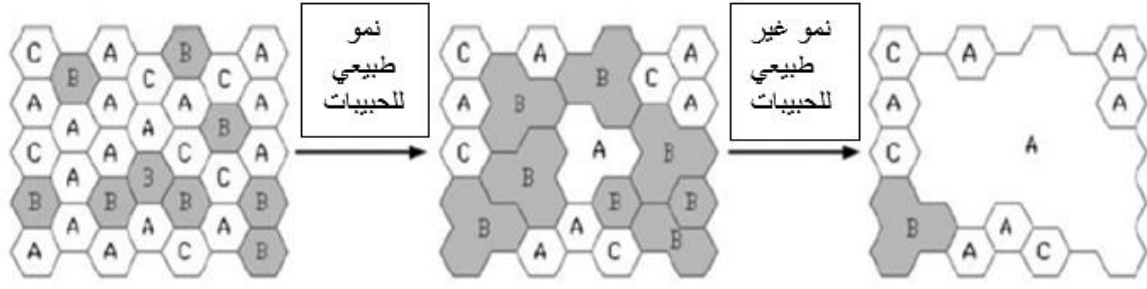
n : هو الأس لنمو

- النمو الغير طبيعي

خلال هذا النوع من النمو، يمكننا التمييز بين العديد من الحبيبات المعاد بلورتها والتي تنمو بطريقة

غير معتادة، حيث تكون أحجامها أكبر من الحبيبات الأخرى، يوضح الشكل 2-B-I نوعي النمو

الطبيعي والغير طبيعي [14].



الشكل I-B-2: فحص البنية المجهرية والملمس لسبائك Mg-1Gd (بالوزن % المشوهة عند 350

درجة مئوية و الملدن عند درجة حرارة 500° في أوقات مختلفة من 1 إلى 80 دقيقة و وجد ان

الحبيبات عند $t < 80min$ تنمو طبيعي بحجم $D > 40um$ بينما تنمو الحبيبات عند $t > 80min$ مر

بشكل غير طبيعي $D > 200um$ [14].

المراجع

- [1] Y. I Bourezg, Contribution à l'étude d'alliages Mg-RE (magnésium-Terres rares) après hyper déformation ; analyse de la texture et microstructure, these de doctoral, (2017) 20
- [2] L. Xiaohui. Enhanced Ductility of Mg Alloys Containing Rare Earth Elements. Thèse de doctorat, (2013) 30.
- [3] G. Gottstein. Physical Foundations of Materials Science. Springer,(2004).
- [4] H, Azzeddine, Contribution à l'étude de quelques propriétés physico-métallurgiques des alliages à base de Mg, these de doctoral (2012) 12.
- [5] A. Mwembela, E. V. Konopleva, Magnesium Alloys and Their Applications, (1998) 215-222.
- [6] S. R. Agnew, M. H. Yoo, C. N. Tomé , Application of texture simulation to understanding mechanical behavior of Mg and solid solution alloys containing Li or Y, 49 (2001) 4277-4289.
- [7] A. Hanna, Etude de quelques propriétés des alliages à base de magnésium après déformation pour utilisation comme biomatériaux, these de doctoral, (2020) 28
- [8] D. A. Hughes, N. Hansen, Microstructural evolution in nickel during rolling and torsion, 7 (1991) 544-553.
- [9] B. Bay, N. Hansen, D.A Hughes, D. Kulhmann-Willsdorf, 96 evolution of fcc deformation structures in polyslip, 40 (2) (1992) 205-219.

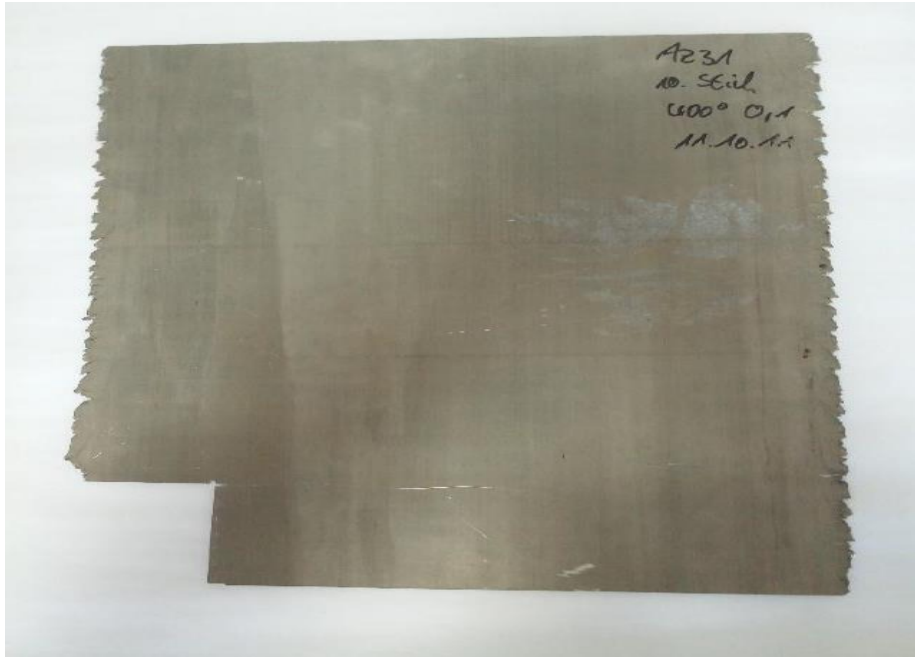
- [10] R. D. Doherty, D. A. Hughes, F. J. Humphreys, J. J. Jonas, D. J. Jensen, M. E. Kassner, W. E. King, T. R. McNelley, H. J. McQueen, A. D. Rollett. Current issues in recrystallization: A review, *A*. 238 (1997) 219–274.
- [11] R. D. Doherty, D. A. Hughes, F. J. Humphreys, J. J. Jonas, D. J. Jensen, M. E. Kassner, W. E. King, T. R. McNelley, H. J. McQueen, A. D. Rollett, Current issues in recrystallization: a review, *A*. 238 (1997) 219–274.
- [12] H. Azzeddine, Contribution à l'étude de quelques propriétés physico-métallurgiques des alliages à base de Mg, these de doctoral (2012) 12.
- [13] F.J. Humphreys, M. Hatherly, Recrystallization and related annealing phenomena, Elsevier (2012).
- [14] 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, *A*. 585 (2014) 111–119.

الفصل الثاني:

التقنيات التجريبية

1-II عرض السبيكة المدروسة

في هذا العمل، عملنا على سبيكة AZ31 على شكل صفيحة سمكها 2.2مم (الشكل II-1) مقدمة من طرف شركة ألمانية Innovations Magic-magnesium يتم عرض التركيب الكيميائي لسبيكة AZ31 (بالوزن %) في الجدول II-1.



الشكل II-1: يوضح صورة لصفحة السبيكة المدروسة.

الجدول II-1: التركيب الكيميائي لسبيكة AZ31.

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

II-2 التشوه اللدن عن طريق الدرفلة

تعرضت السبيكة AZ31 لتشوه لدن عن طريق الدرفلة على الساخن على التوالي عند درجة حرارة 360° حتى انخفض سمكها بنسبة 70% (الشكل II-2)، ثم تم تسخينها في الفرن لمدة 10 دقائق لتثبيت درجة الحرارة بعد الدرفلة، وبعد الدرفلة تم وضع العينة مباشرة في الماء.

تم إجراء التشوه بالدرفلة من قبل البروفيسور برادعي جمال، عضو فريق "التحولات الطورية، البنية الدقيقة والملمس" كلية الفيزياء USTHB، الجزائر.



الشكل II-1: سبيكة AZ31 بعد الدرفلة على الساخن وانخفاض سمكها بنسبة 70%.

II-3 المعالجة الحرارية لإعادة البلورة

تم قطع العينات المربعة (1سم*1سم) من الصفائح المدرفلة ووضعها في فرن عند درجة حرارة 350° لفترات مختلفة وهي: 5 دقائق، 30 دقيقة، 24 ساعة.

تم إجراء المعالجة الحرارية في مخبر الفيزياء والكيمياء، قسم الفيزياء، بجامعة المسيلة.



الشكل II-3: صورة الفرن المستخدم.

II-4 التقنيات الوصف

II-4-1 المجهر الإلكتروني

يسمح المجهر الإلكتروني الماسح (MEB) بإجراء ملاحظات مورفولوجيا، لتمييز بين تفاصيله المرتبة من مائة إلى النانومتر، بفضل عمق المجال.

تحت تأثير شعاع الإلكترون، هناك انتشار رجعي للإلكترونات من الحزمة، وانبعث إلكترونات ثانوية منخفضة الطاقة من تأثير ذرات العينة، وانبعث إلكترونات أوجيه، والأشعة المميزة للعناصر الموجودة في العينة.

يستعيد كاشف MEB خليطاً بنسب متغيرة من الإلكترونات الثانوية والإلكترونات المنتشرة الرجعية، وتعتمد النسبة على الطاقة الأولية، والمسافة بين العينة والهدف، وزاوية وقوع الحزمة الأولية والمادة.

وتتيح الإلكترونات الثانوية التمييز بين تفاصيل طبوغرافية السطح والعينة. وتسمح عمليات إعادة توزيع الإلكترونات بملاحظة التباين الكيميائي.

تم إجراء ملاحظات EBSD باستخدام المجهر الإلكتروني الضوئي الماسح FEG-SEM SUPRA 55 VP يعمل عند 20 kV. يقترن المجهر بنظام التحليل الكيميائي للسطح EDX (انظر للشكل II-4).



الشكل II-4: صورة المجهر الإلكتروني FEG-SEM.

II-4-2 حيود الأشعة السينية

لتحليل ملف حيود الأشعة السينية، كان سطح كل عينة مصقولاً ميكانيكياً، ثم يتم تمرير العينة من خلال مقياس حيود الأشعة السينية (XPERT-PRO PW 3040 de Phillips)، باستخدام إشعاع $\text{Cu K}\alpha$ ويعمل بجهد 40 kV و تيار 20 mA. زاوية السقوط تتراوح من 5° إلى 90°، درجة الفحص هي 0.02°.

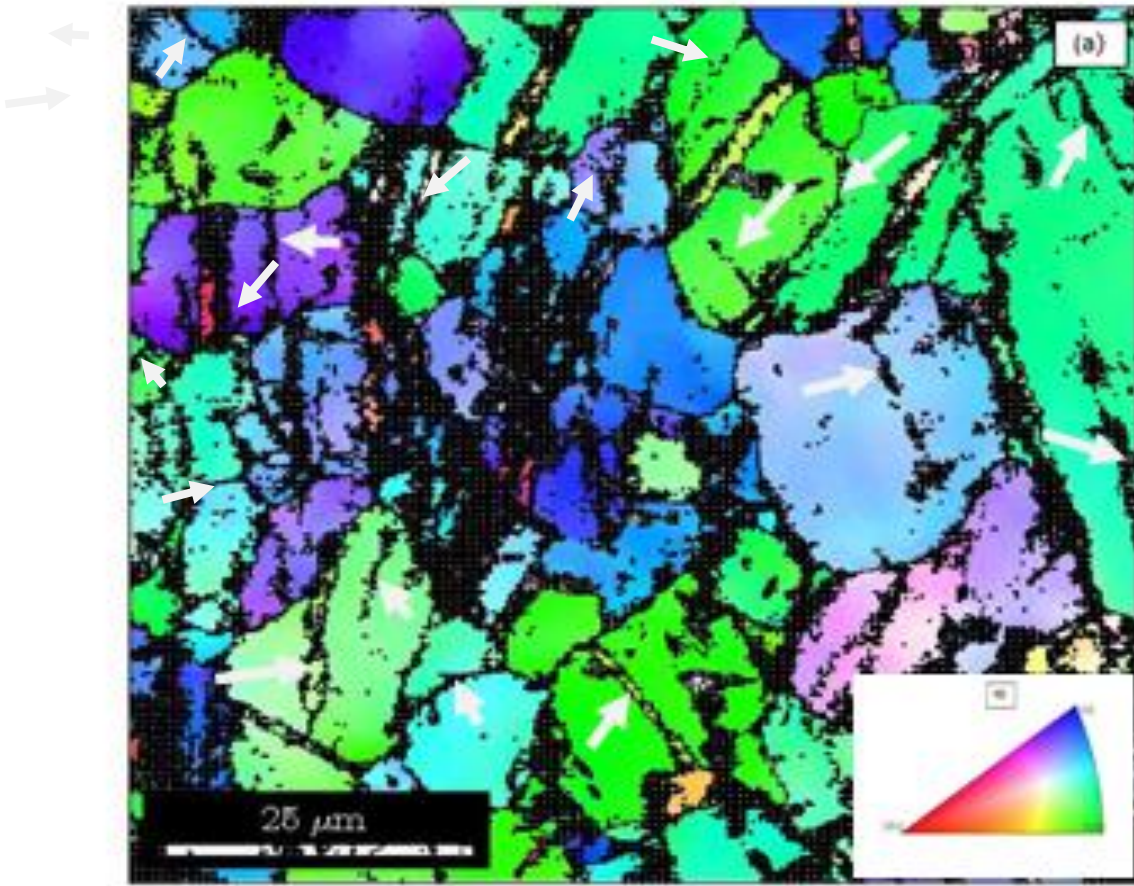
الفصل الثالث:

النتائج التجريبية ومناقشتها

III-1 دراسة البنية المجهرية

III-1-1 دراسة البنية المجهرية للحالة الأولية

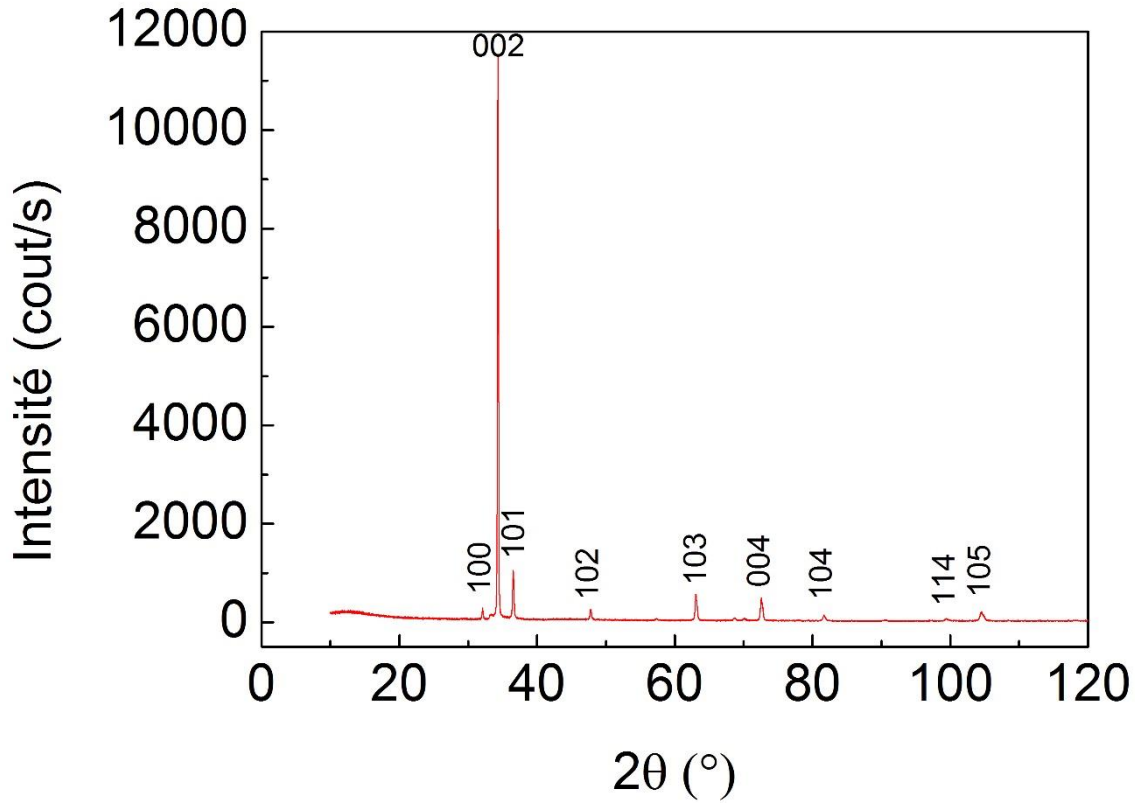
يبين الشكل III-1 البنية المجهرية للحالة الأولية لسبيكة AZ31، هذه البنية متجانسة إلى حد ما في جميع أنحاء العينة، حيث يصل متوسط حجم الحبيبات حوالي $7.4036\mu\text{m}$ مع وجود مناطق سوداء تدل على أن نسبة التشوه عالية جدا بالإضافة إلى وجود كمية من التوأمة (مشار إليها بأشكال).



الشكل III-1: البنية المجهرية لسبيكة AZ31 في الحالة الأولية.

يبين الشكل III-2 طيف انعراج الأشعة السينية X لسبيكة AZ31 في الحالة الأولية. نلاحظ توجد

أطياف البنية المجهرية للحالة الأولية أحادية الطور.



الشكل III-2: طيف انعراج الأشعة السينية (DRX) لسبيكة AZ31 في الحالة الأولية.

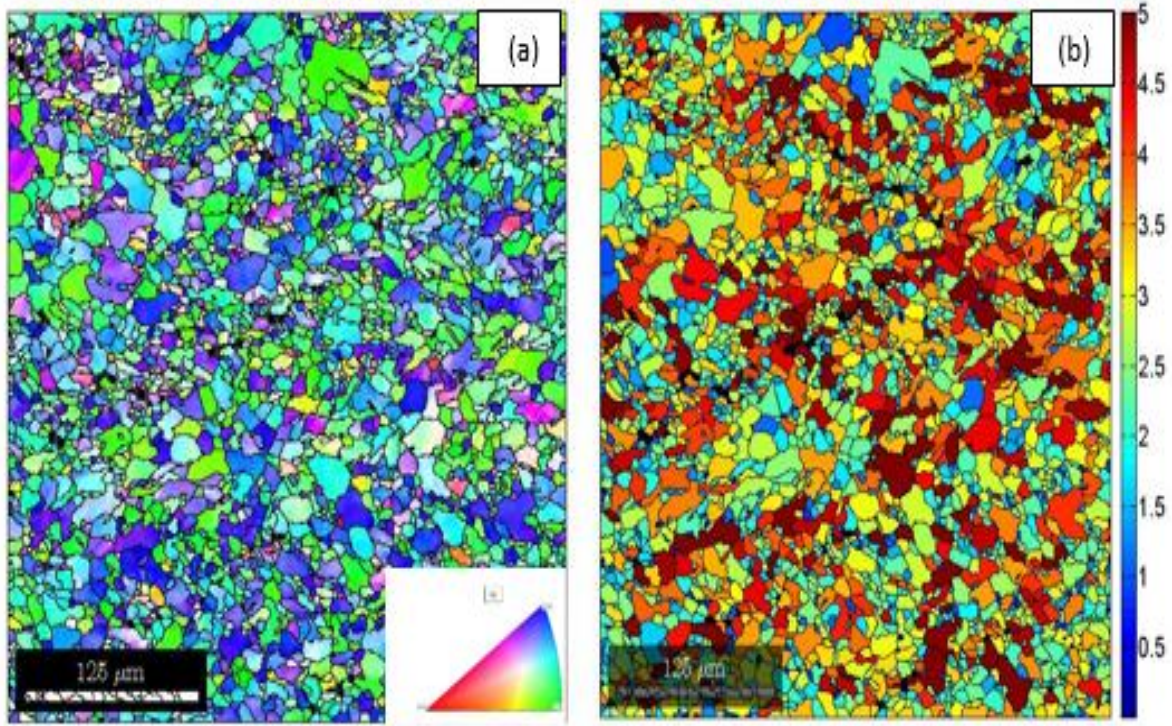
III-1-2 دراسة البنية المجهرية في الحالة المشوهة

يوضح الشكل III-3 (a) البنية المجهرية لسبيكة AZ31 بعد التشوه بواسطة الدرفلة على الساخن وانخفاض سمك المادة بنسبة 70%. يمكن ملاحظة أن حجم الحبيبات انخفض بمقدار الثلث تقريبا مقارنة بالحالة الأولية $2.5194\mu\text{m}$ ، وانخفاض نسبة التشوه وكمية التوأمة يمكن تفسير انخفاض حجم الحبيبات وكمية التوأمة بحدوث عملية البلورة المتحركة على مستوى التوأمة [2,1].

من الممكن تحديد حجم الحبيبات المعاد بلورتها من بيانات EBSD باستخدام طريقة GOS <Grain Orientation Spread> المطبق في برنامج OIM، ويمكن التمييز بين الحبيبات المشوهة والحبيبات المعاد بلورتها على أساس قيمة GOS [3].

ويوضح الشكل III-3 (b) البنية المجهرية لسبيكة AZ31 باستخدام طريقة GOS بعد التشوه بواسطة الدرفلة على الساخن وانخفاض سمك المادة بنسبة 70%، ويبين نسبة التشوه في السبيكة حيث

اللون الأحمر يدل على أن نسبة التشوه عالية واللون الأزرق يدل على غياب التشوه، وكلما اتجهنا من اللون الأزرق إلى اللون الأحمر زادت نسبة التشوه.



الشكل III-3: (a) البنية المجهرية لسبائك AZ31 بعد التشوه بواسطة التشوه على الساخن وانخفاض

سمك المادة بنسبة 70%، (b) البنية المجهرية لسبيكة AZ31 باستخدام طريقة GOS.

III-1-3 دراسة البنية المجهرية لإعادة البلورة

يوضح الشكل III-4 تطور البنية المجهرية لإعادة البلورة ونمو الحبيبات في سبيكة AZ31 في

أوقات مختلفة من 5 دقائق إلى 24 ساعة عند درجة حرارة 350°.

ويمثل الجدول III-1 الحجم المتوسط للحبيبات المعاد بلورتها في أزمنة مختلفة وعند درجة

حرارة 350° نلاحظ زيادة في الحجم المتوسط للحبيبات مع زيادة الزمن.

يمكن ملاحظة أن نمو الحبيبات عند الزمن 5 دقائق و30 دقيقة متجانس تقريبا حيث بلغ حجم

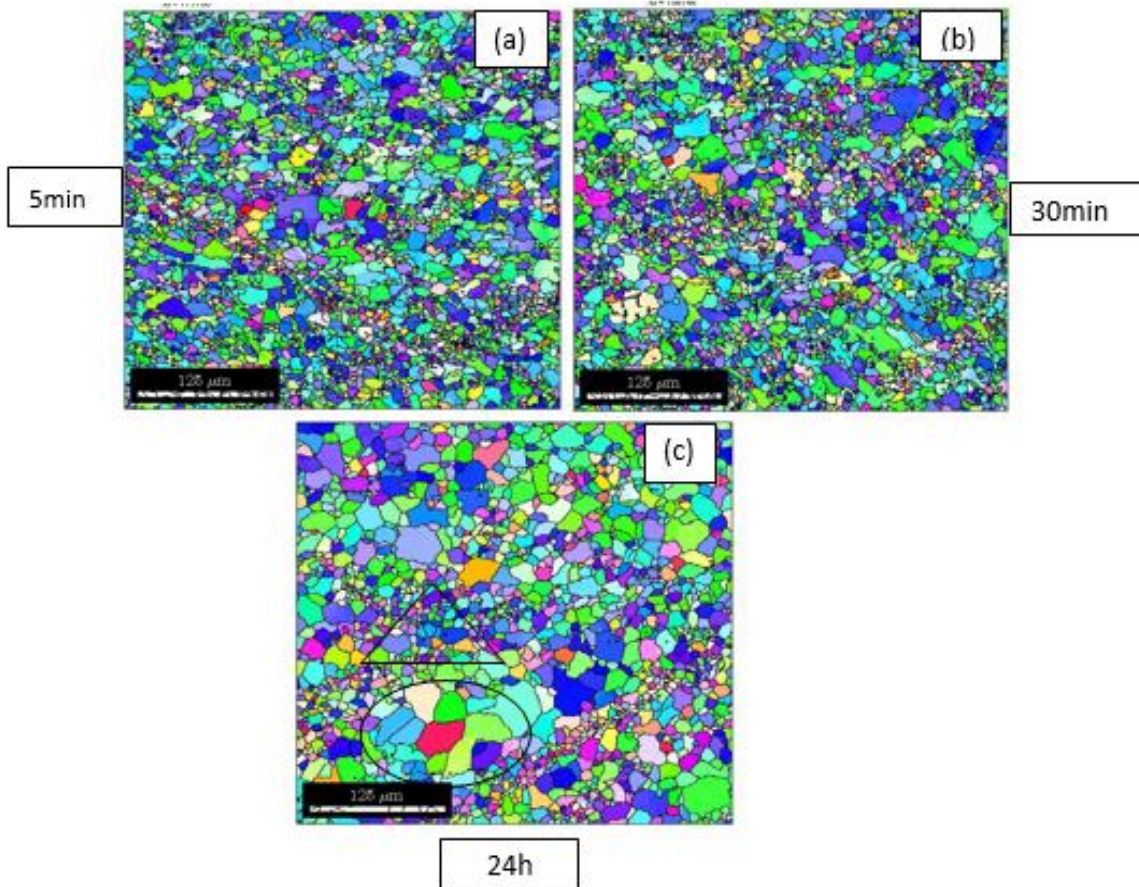
المتوسط للحبيبات عند 5 دقائق 2.63 μm وعند 30 دقيقة 2.72 μm، وغير متجانس عند الزمن 24 ساعة

3.18 μm ، حيث وجد حجم الحبيبات التي داخل الدائرة 6.69 μm وحجم الحبيبات داخل المثلث 2.12 μm (انظر لشكل III-4-c). كما يمكن ملاحظة زيادة الحجم المتوسط للحبيبات مع زيادة الزمن. يكون حجم حبيبات البنية المجهرية لسبيكة المغنيزيوم موحدة ومتساوية في الواقع أثناء عملية البلورة عند 450° [5,4].

من المعروف في علم المعادن الفزيائي أن الحبيبات الغير منتظم والغير متساوية الحجم تحدها حبيبات تكون في حالة عدم التوازن الديناميكي الحراري.

ويقولون انها لا تزال تحتوي على طاقة داخلية مخزنة أثناء التشوه اللدن، هذه الطاقة مخزنة على

شكل انخلاعات [6].



الشكل III-4: البنية المجهرية لسبيكة AZ31 بعد التشوه والمعاد بلورتها

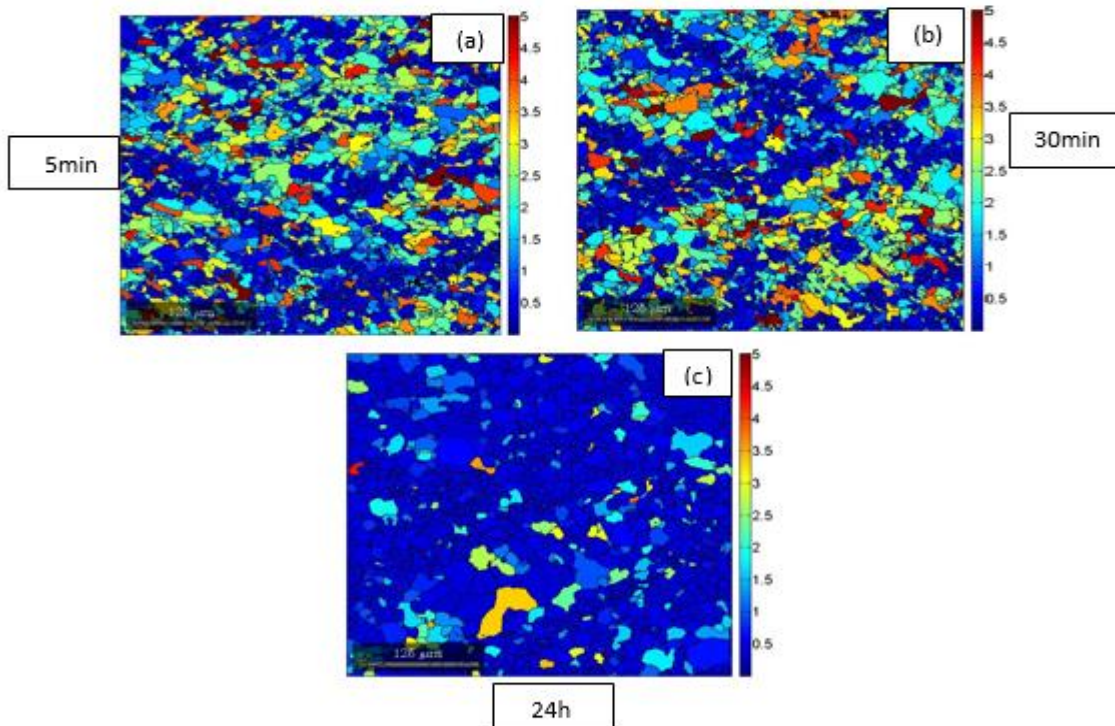
(a) في 5 دقائق (b) في 30 دقيقة (c) في 24 ساعة عند درجة حرارة.

جدول III-1: الحجم المتوسط للحبيبات المعاد بلورتها عند 350° .

الحالات	الحجم المتوسط للحبيبات (d)
الحالة المشوهة	2.51um
5min	2.63um
30min	2.72um
24h	3.18um
الحالة الأولية	7.40um

يمكن ملاحظة من الشكل III-5 أن في المرحلة الأولى عند 5 دقائق تكون نسبة التشوه ضعيفة إلى

أن تنعدم عند الزمن 24 ساعة يعني تم إعادة بلورة كل الحبيبات.

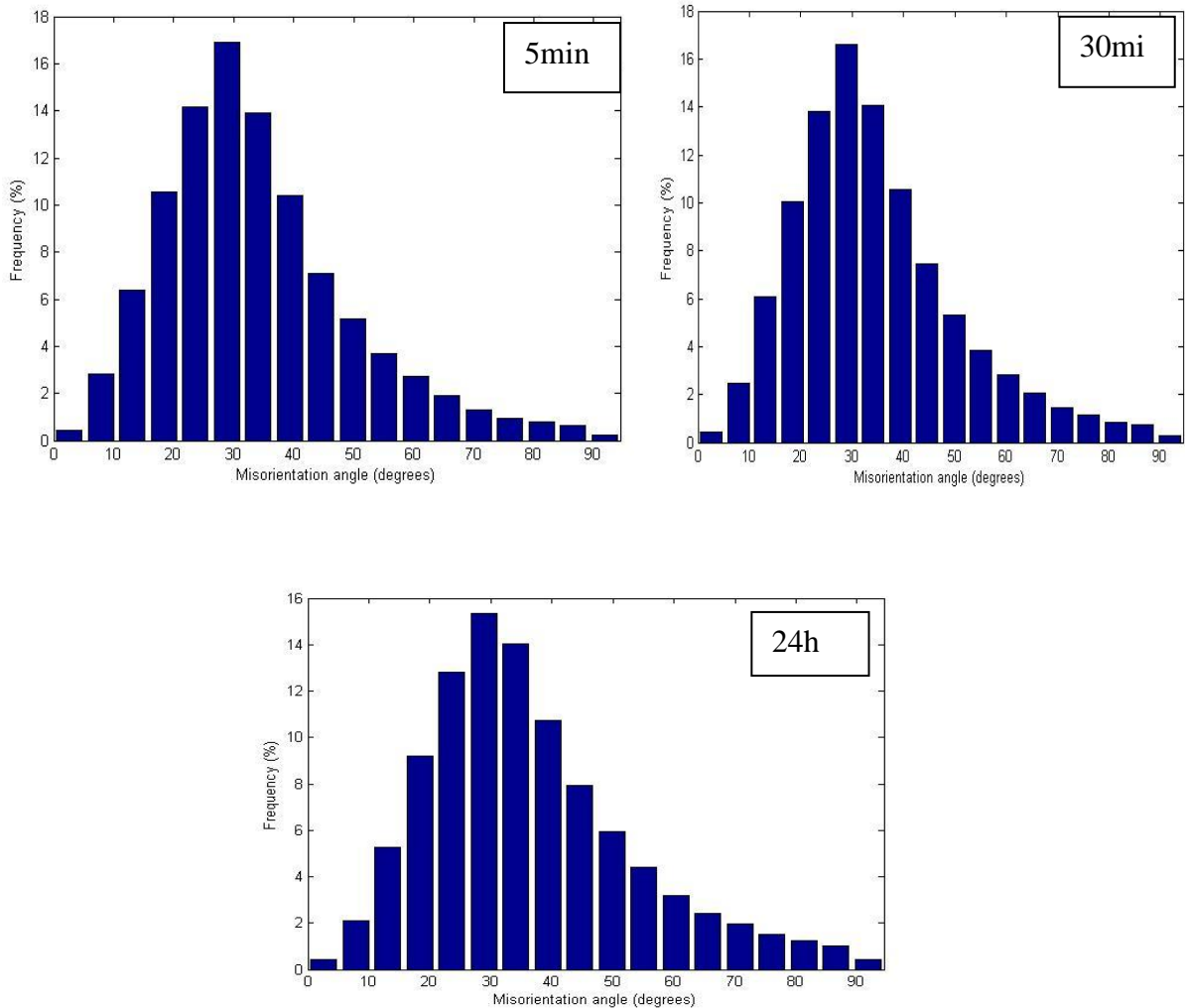


الشكل III-5: البنية المجهرية GOS لسبائك AZ31 باستخدام طريقة GOS في حالة إعادة البلورة

عند درجة حرارة 350° وفي أزمنة مختلفة.

يوضح الشكل III-6 توزيعات زوايا الحدود الحبيبية في سبيكة AZ31 المدرفلة على الساخن والمعاد بلورتها عند 350° لمدة 5 دقائق، 30 دقيقة و24 ساعة.

نلاحظ انه لا يوجد تغير في نسب الزوايا مع مرور الوقت وتتمحور أعلى نسبة عند 30° وهذا راجع لتوجه القاعدي للحبيبات.



الشكل III-6 توزيعات زوايا بين الحدود الحبيبية لسبيكة AZ31 في حالة إعادة البلورة المتحركة عند درجة حرارة 350° وفي أزمنة مختلفة.

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, 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] J. H. Cho, A. Rollett, K.J.M. Oh, m.t. A, Determination of a mean orientation in electron backscatter diffraction measurements, 36 (2005) 3427-3438.
- [4] 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.
- [5] H. Azzeddine, D. Bradai. Texture and Microstructure of WE54 alloy after hot rolling and annealing, 702-703 (2012) 453-456.
- [6] F. Z. Yahiaou, Cinétique de la recristallisation de l'alliage AZ31 après déformation par laminage, (2020).

الخاتمة العامة

الخاتمة العامة

قمنا في هذا العمل بدراسة الخصائص الفيزيائية للسبائك المغنيزيوم والمضافة إليها 3%Al و1%Zn. واستخدمنا بيانات جهاز EBSD لدراسة حجم الحبيبات.

وركزنا على دراسة تطور البنية المجهرية لسبائك AZ31 (Mg-3Al-Zn، وزنا %) بعد التشوه على الدرفلة وانخفاض سمك العينة إلى 70%، والتي تم إعادة بلورتها في درجة حرارة 350° لفترات تتراوح بين 5 دقائق، 30 دقيقة و24 ساعة.

كانت النتائج المتحصل عليها كما يلي:

- حجم الحبيبات في الحالة الأولية والحالة المشوهة ينمو بشكل طبيعي.
- في الحالة المشوهة والمعاد بلورتها عند 350°، تنمو الحبيبات بشكل طبيعي ماعدا في الزمن 24 ساعة لوحظ نمو غير طبيعي للحبيبات
- في الحالة المعاد بلورتها يزيد الحجم المتوسط للحبيبات كل ما زاد الزمن مقارنة بالحالة المشوهة.

الملخص:

الهدف من هذا العمل هو دراسة حركية إعادة البلورة ونمو الحبيبات في سبيكة المغنيزيوم (AZ31Mg-3Al-1Zn، (وزنا%)) بعد الدرفلة على الساخن عند 360°C حتى ينخفض سمك العينة بنسبة 70% ومعالجتها حراريا عند 350°C في أوقات مختلفة 5 دقائق، 30 دقيقة و 24 ساعة، أظهرت النتائج أن حبة الحبيبات الأولى كان $7.40\mu\text{m}$ يتناقص بعد الدرفلة إلى $2.51\mu\text{m}$ ، لكنه يزداد أثناء إعادة البلورة كل ما زاد الزمن ليصل إلى $3.18\mu\text{m}$ عند 24 ساعة.

Résumé

L'objectif de ce travail est d'étudier la cinétique de recristallisation et de croissance des grains dans l'alliage de magnésium AZ31 (Mg-3Al-1Zn, (en pds %)) après laminage à chaud à 360°C jusqu'à 70 % de réduction d'épaisseur et traitement thermique à 350°C à différents temps de maintien : 5 min, 30 min et 24 h. Les résultats ont montré que la taille des grains initiale était de $7.40\mu\text{m}$ et diminue après laminage jusqu'à $2.51\mu\text{m}$, mais elle augmente avec l'augmentation du temps de recuit pour atteindre $3.18\mu\text{m}$ à 24 h.

Abstract

The objective of this work is to study the kinetics of recrystallization and grain growth in the magnesium AZ31 (Mg-3Al-1Zn, (wt.%)) alloy after hot rolling at 360°C to 70% of thickness reduction and heat treatment at 350°C at different times: 5 min, 30 min and 24 h. The results showed that the grain size decreases from $7.40\mu\text{m}$ in the initial state to $2.51\mu\text{m}$ after rolling and then increases with increasing annealing time to reach a value of $3.18\mu\text{m}$ at 24 h.