

Experimental investigation of grain growth, hardness and strength in commercially pure copper

*Mostafa Jafarzadegan¹, Reza Taghiabadi², Mohammad Ammar Mofid³, Ayoob Saeedinezhad⁴

1- Assistant professor of materials science, Faculty of engineering, Imam Khomeini International University (IKIU), Qazvin, Iran

2- Associate professor of materials science, Faculty of engineering, Imam Khomeini International University (IKIU), Qazvin, Iran

3- Associate professor of materials science, Faculty of civil and earth resources engineering, Central Tehran Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran

4- MS student of materials science, Imam Khomeini International University (IKIU), Qazvin, Iran

Citation: Jafarzadegan M, Taghiabadi R, Mofid MA, Saeedinezhad A. Experimental investigation of grain growth, hardness and strength in commercially pure copper, Metallurgical Engineering, 2025; 27(4): 276-285 <https://doi.org/10.22076/me.2024.2032666.1405>

 <https://doi.org/10.22076/me.2024.2032666.1405>

ABSTRACT

Copper is one of the most widely used industrial metals, which has a good weldability by fusion methods; but the grain growth is one of the problems that occurs in heat affected zone of this metal causing the decrease of mechanical properties of the joint. To calculate the grain growth, first of all, it is needed to fit the experimental data to mathematical models and calculate the existing parameters. In this research, the grain growth of commercially pure copper has been studied. For this purpose, the samples of copper sheet were isothermally held in furnace at the temperatures of 1123, 1173 and 1223 K for the times of 10 to 60 minutes. The average grain size was determined from the metallographic image analysis and the 2D grain size was converted to 3D grain size through the computational methods. Sellars and Anelli models were used to fit the data, and grain growth parameters were obtained for both models. The analysis of the normalized residuals showed that the mean is close to zero and they have a Gaussian distribution, and both models seem to fit reasonably to the data. Mechanical properties were measured by microhardness test and tensile test. It was observed that the relationship between hardness and yield strength with grain size follows the Hall-Patch relationship and the corresponding constants were obtained.

Keywords: Isothermal grain growth; Commercially pure copper; Sellars model; Anelli model; Curve fitting; Hardness; Strength.

Received: June 17, 2024

Accepted: October 16, 2024

■ ■
*Corresponding Author:

Mostafa Jafarzadegan, PhD

Address: Materials Science Department, Faculty of Engineering, Imam Khomeini International University, Qazvin, Iran

Tel: +98 (28) 33901169

E-mail: jafarzadegan@eng.ikiu.ac.ir

بررسی تجربی رشد دانه، سختی و استحکام در مس خالص تجاری

*مصطفی جعفرزادگان^۱، رضا تقی آبادی^۲، محمدعمار مفید^۳، ایوب سعیدی نژاد^۴

۱- استادیار مهندسی مواد، دانشگاه بین المللی امام خمینی (ره)، قزوین، ایران

۲- دانشیار مهندسی مواد، دانشگاه بین المللی امام خمینی (ره)، قزوین، ایران

۳- دانشیار مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران مرکزی، تهران، ایران

۴- دانشجوی کارشناسی ارشد مهندسی مواد دانشگاه بین المللی امام خمینی (ره)، قزوین، ایران

چکیده

مس یکی از فلزات پرکاربرد صنعتی است که قابلیت جوشکاری مناسبی توسط روش‌های ذوبی دارد؛ اما رشد دانه یکی از مشکلاتی است که در ناحیه متأثر از حرارت این فلز اتفاق افتاده و منجر به کاهش خواص مکانیکی اتصال می‌شود. برای محاسبه رشد دانه، ابتدا نیاز به برازش داده‌های تجربی به مدل‌های ریاضی و محاسبه پارامترهای موجود می‌باشد. در این تحقیق رشد دانه مس خالص تجاری مورد بررسی قرار گرفته است. برای این منظور نمونه‌های ورق مس به صورت همدم در دماهای ۱۱۲۳، ۱۲۲۳ و ۱۳۲۳ کلوین به مدت ۱۰ تا ۶۰ دقیقه در کوره نگهداری شدند. اندازه دانه متوسط از تجزیه و تحلیل تصاویر متالوگرافی تعیین شد و اندازه دانه دوبعدی با روش‌های محاسباتی به اندازه دانه سه‌بعدی تبدیل شد. برای برازش داده‌های اندازه دانه از مدل‌های سلاز و آنتلی استفاده شد و پارامترهای رشد دانه برای هر دو مدل به دست آمد. تجزیه و تحلیل باقیمانده‌های نرمال شده نشان داد که میانگین نزدیک به صفر است و توزیع گاوسی دارند و به نظر می‌رسد هر دو مدل به طور قابل قبولی بر روی داده‌ها برازش می‌شوند. اندازه‌گیری خواص مکانیکی توسط آزمون ریزش‌سنجی و آزمون کشش انجام شد. مشاهده شد که رابطه سختی و استحکام تسلیم با اندازه دانه از رابطه هال-پچ تبعیت می‌کند و ثوابت مربوطه بدست آمد.

واژه‌های کلیدی: رشد دانه همدم؛ مس خالص تجاری؛ مدل سلاز؛ مدل آنتلی؛ برازش منحنی؛ سختی؛ استحکام.

دریافت: ۱۴۰۳/۰۳/۲۸ | پذیرش: ۱۴۰۳/۰۷/۲۵

۱. مقدمه

بسیاری از پدیده‌های متالورژی در دماهای بالا رخ می‌دهند و یکی از این پدیده‌ها رشد دانه است که در فلزات و آلیاژها در دماهای بالا اتفاق می‌افتد. رشد دانه باعث افزایش اندازه دانه‌ها شده و بر خواص ماده مانند تردی، استحکام، خواص خزشی و خستگی تاثیر می‌گذارد (۱). از جمله مواردی که رشد دانه در آن‌ها اهمیت پیدا می‌کند، ناحیه متأثر از حرارت (HAZ) جوش است که به طور مستقیم بر استحکام و خواص اتصالات تأثیر می‌گذارد (۲، ۳).

استفاده از مدل مناسب برای رشد دانه در جوشکاری و به طور کلی در فرآیندهای ترمومکانیکی، می‌تواند باعث پیش‌بینی و کنترل بهتر فرآیند و در نتیجه کاهش هزینه‌های تولید و یا توسعه روش‌های جدید شود. برای شبیه‌سازی رشد دانه‌ها که برای

پیش‌بینی ریزساختار و خواص مکانیکی HAZ مورد نیاز است، لازم است مدل مناسب انتخاب و پارامترهای ضروری برای رشد دانه محاسبه شود (۱).

در بسیاری از فرآیندهای متالورژی مانند جوشکاری، شکل‌دهی و عملیات حرارتی فلزات، رشد دانه غیر همدم رخ می‌دهد، اما می‌توان از پارامترهای رشد دانه همدم برای محاسبه آن استفاده کرد (۴، ۵). بنابراین، مطالعه و توسعه مدل رشد دانه را می‌توان به دو بخش تقسیم کرد: (الف) ارائه مدلی برای رشد دانه همدم و (ب) مدلی برای رشد دانه در گرمایش پیوسته (۶).

رشد دانه همدم مدت‌ها است که مورد مطالعه قرار گرفته و اولین رابطه به صورت $D = kt^n$ ارائه شده است که در آن D اندازه دانه، t زمان گرم شدن، n توان و K ثوابت وابسته به دما می‌باشند. ضریب نمایی این

* نویسنده مسئول:

دکتر مصطفی جعفرزادگان

نشانی: گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه بین المللی امام خمینی (ره)، قزوین، ایران

تلفن: ۳۳۹۰۱۱۶۹ (۲۸) ۰۹۸

پست الکترونیکی: jafarzadegan@eng.ikiu.ac.ir

بین سختی و استحکام با معکوس جذر اندازه دانه ($D^{-1/2}$) برقرار می‌کند:

$$\sigma_y = \sigma_i + k_\sigma D^{-1/2} \quad (3)$$

$$H = H_0 + k_H D^{-1/2} \quad (4)$$

در معادلات بالا σ_y استحکام تسلیم ماده، σ_i مقاومت کلی ماده در برابر حرکت نابجایی‌ها، H سختی، H_0 سختی ماده با اندازه دانه بی‌نهایت، ضرایب K_σ و K_H مربوط به اثر استحکام بخشی مرز دانه‌ها و D اندازه دانه می‌باشد (۱۰، ۱۱).

تحقیقاتی درباره رشد دانه مس انجام شده است که در دماهای مختلف و با روش‌های مختلف انجام شده است. جدول ۱ خلاصه نتایج تحقیقات محققان بر روی رشد دانه مس را نشان می‌دهد. در این مقالات عمدتاً تمامی ثوابت برای محاسبه رشد دانه گزارش نشده و همچنین در برخی از تحقیقات، توان رشد دانه بطور پیش فرض $n=2$ در نظر گرفته شده است. بررسی تحقیقات دیگران نشان می‌دهد که ثوابت رشد دانه مس در دماهای بالا (نزدیک به نقطه ذوب) که برای محاسبه رشد دانه HAZ لازم است، گزارش نشده است.

هدف از این تحقیق اندازه‌گیری پارامترهای رشد دانه همدمای مس در دماهای نزدیک به نقطه ذوب بر اساس مدل سلارز و آنلی می‌باشد که می‌توان از آن برای تخمین رشد دانه غیر همدمای HAZ جوش‌ها نیز استفاده کرد. برای این منظور، اندازه دانه به دست آمده از تحلیل تصویر متالوگرافی دوبعدی به اندازه دانه سه بعدی تبدیل شده و سپس داده‌ها به هر دو مدل برازش شده‌اند.

معادله زمانی معتبر است که اندازه دانه نسبت به اندازه دانه اولیه (D_0) بسیار بزرگتر باشد، یعنی برای رشد سریع دانه و زمان‌های بازپخت طولانی قابل اعتماد باشد (۴). محققان سعی کرده‌اند معادله مذکور را اصلاح کرده و مدل‌های جدیدی را پیشنهاد کنند که از میان آن‌ها می‌توان به دو مدل معروف سلارز و آنلی برای رشد دانه‌های همدمای اشاره کرد:

$$D^n - D_0^n = k t \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (1)$$

$$D - D_0 = B t^m \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (2)$$

در معادلات فوق D میانگین قطر دانه نهایی، D_0 قطر دانه اولیه، t زمان، T دمای مطلق، Q انرژی فعال‌سازی برای رشد دانه، R ثابت جهانی گازها (8.314 J/mol.K) و مقادیر k ، B ، n و m ثابت‌های مربوط به نوع ماده هستند (۷).

برخی از آلیاژهای تک فاز و فلزات خالص مانند مس رشد دانه قابل توجهی را در دماهای بالا تجربه می‌کنند. مس به عنوان یکی از متداول‌ترین فلزات در صنایع ساختمانی و برقی در بسیاری از تجهیزات و قطعات مانند لوله‌ها، قطعات پمپ، شیرها، پروانه‌ها و شفت پروانه‌ها، توربین‌ها و همچنین کاربردهای معماری و تزئینی مورد استفاده قرار می‌گیرد. مس را می‌توان با روش‌های مختلف جوشکاری ذوبی جوش داد (۸)، اما رشد دانه در HAZ یکی از مشکلات این فلز در جوشکاری ذوبی است که باعث کاهش سختی و استحکام اتصال می‌شود (۹). رابطه سختی و استحکام تسلیم با اندازه دانه در فلزات و آلیاژها را می‌توان طبق رابطه هال-پچ مشخص نمود (۱۰) که رابطه‌ای

جدول ۱: خلاصه نتایج تحقیقات بر روی رشد دانه مس

نوع ماده	دما (کلوین)	زمان (دقیقه)	فرمول	ثوابت گزارش شده	مرجع
مس	۱۰۲۳-۸۷۳	۳۰-۲۴۰	$D^2 - D_0^2 = K t \exp\left(-\frac{H}{kT}\right)$	$H = 0.87 \text{ eV}$ $K = 3.0 \times 10^{-4} \frac{\text{cm}^2}{\text{s}}$	(۱۲)
مس نورد شده	۹۷۳	۱-۱۰۰	نمودار	$n=0.27$ در مراحل اولیه و $n=0.24$ در مراحل بعدی	(۱۳)
مس نانوبلوری رسوب الکتریکی	۴۲۳-۳۷۳	۱۲۰-۰	$d^N - d_0^N = K_{T0} \exp\left(-\frac{E}{RT}\right) t$	$n=3.4-4.0$; $E=83 \pm 13 \text{ kJ/mol}$	(۱۴)
مس interconnects	۶۷۳-۵۷۳	۰/۵	-	-	(۱۵)
مس تولیدشده به روش Spark plasma sintering	۱۳۲۳-۱۲۲۳	۲۴۰-۶۰	$D - D_0 = K_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) t^{1/n}$	$Q=187-301 \text{ kJ/mol}$; $n=2.2-3.1$	(۱۶)
ورقه های نازک مس بسیار ریزدانه	۶۳۳-۴۳۳	۲۴۰-۱۰	-	-	(۱۷)

۲. مواد و روش تحقیق

در این تحقیق از ورق مس خالص تجاری با ضخامت ۲ میلی متر استفاده شد. ابتدا نمونه‌های کوچکی از ورق مس در ابعاد 1×1 سانتی متر برش داده شد. همچنین ورق‌های مسی برای عملیات حرارتی و تهیه نمونه‌های آزمون کشش آماده شد. سپس نمونه‌ها به صورت همدم‌ها در کوره در دماهای ۱۱۲۳، ۱۱۷۳ و ۱۲۲۳ کلوین به مدت ۱۰، ۲۰، ۴۰ و ۶۰ دقیقه قرار گرفتند. پس از عملیات حرارتی در کوره، هر نمونه بلافاصله در آب سرد شد تا به سرعت به دمای محیط برسد و رشد بیشتر دانه متوقف شود. سپس نمونه‌های متالوگرافی بر روی رزین سوار شده و به صورت مرحله به مرحله با سنباده‌زنی و پرداخت بر روی پارچه پولیش و دوغاب آلومینا آماده شدند. حکاکی با محلول اسید نیتریک ۳۰ درصد انجام شد (۱۸).

اندازه‌گیری دانه معمولاً بر اساس تصاویر دو بعدی به دست آمده از متالوگرافی تعیین می‌شود (۱۹-۲۱) و روش اندازه‌گیری دانه‌بندی سه‌بعدی مانند برش سریال روشی پر زحمت و زمان‌بر است (۲۲)، اما روش‌های محاسباتی برای تبدیل اندازه دانه از دو بعدی به سه‌بعدی نیز وجود دارد. در این تحقیق اندازه دانه بر اساس اندازه‌گیری سطح دانه از طریق تحلیل تصویر در نرم‌افزار فتوشاپ اندازه‌گیری شد. پس از اندازه‌گیری سطح دانه‌ها (A)، قطر سطح معادل (d_A) از فرمول زیر محاسبه شد:

$$d_A = \sqrt{\frac{4A}{\pi}} \quad (5)$$

اندازه دانه حجمی متوسط با ضرب میانگین EQAD در ۱.۲ تعیین شد (براساس مرجع (۲۳)). این اندازه دانه محاسبه شده به عنوان قطر دانه (D) برای برآزش معادلات سلارز و آنلی استفاده شد. میانگین، انحراف معیار و خطای استاندارد مربوط به اندازه دانه در اکسل محاسبه شد. خطا در d_A و اندازه دانه حجمی متوسط نیز با روش دیفرانسیل مربوط به انتشار خطا محاسبه شد $\alpha_z = \frac{dz}{dA} \alpha_A \Rightarrow z = f(A)$ (۲۴). برآزش در نرم افزار متلب (قسمت برآزش منحنی) انجام شد.

ثابت‌های به‌دست‌آمده از برآزش در متلب در نرم‌افزار اکسل وارد شد و ثابت‌های مربوط به مدل‌ها برای کاهش میانگین باقیمانده‌های نرمال شده و مربع کای (X^2) کمی اصلاح شدند. مقادیر باقیمانده‌های نرمال شده و پارامتر دوربین-واتسون در اکسل محاسبه شد. آزمون اندرسون-دارلینگ نیز برای تست گاوسی بودن باقیمانده‌های نرمال شده در نرم افزار Minitab انجام شد.

برای بررسی اثر رشد دانه بر خواص مکانیکی از آزمون ریزسختی سنجی و آزمون کشش استفاده شد. آزمون ریزسختی سنجی ویکرز بر روی نمونه‌های متالوگرافی با بار ۵۰ gr و زمان ۱۵ s توسط دستگاه Buehler مدل Micromet 1 انجام شد و میانگین سه عدد اندازه‌گیری شد. نمونه‌های آزمون کشش (sub-size) نیز طبق استاندارد ASTM E8M-99 (۲۵) از فلز پایه و نمونه‌های عملیات حرارتی شده با دستگاه وایرکات برش خورده و آماده شدند. آزمون کشش توسط دستگاه Zwick roel مدل z-100 با سرعت حرکت فک ۵ mm/min انجام شد. داده‌های مربوط به سختی و استحکام تسلیم توسط روش رگرسیون بر رابطه هال-پچ برآزش شد و پارامترهای مربوطه استخراج گردید.

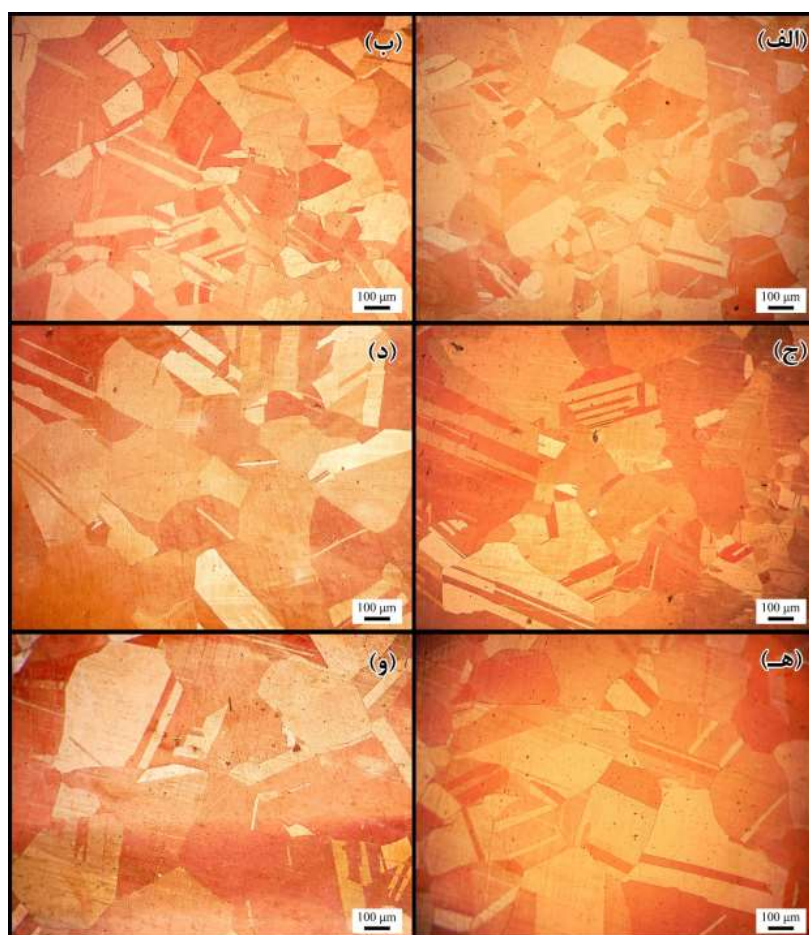
۳. نتایج و بحث

بررسی اندازه دانه

ریزساختار نمونه فلز پایه دریافتی در شکل ۱ و نمونه‌های آنیل شده در دماهای ۱۱۲۳، ۱۱۷۳ و ۱۲۲۳ K به مدت زمان‌های ۱۰ و ۶۰ دقیقه در شکل ۲ قابل مشاهده است. همانطور که مشاهده می‌شود، اندازه دانه با افزایش دما و همچنین زمان آنیل کردن افزایش می‌یابد. رشد دانه (پس از تبلور مجدد) به منظور کاهش انرژی ذخیره شده در ماده به دلیل وجود مرزهای دانه اتفاق می‌افتد. رشد دانه مستلزم مهاجرت مرز دانه‌های بزرگ‌تر است و سرعت آن به شدت تحت تأثیر وابستگی تحرک مرز به دما است (۲۶) و افزایش دما باعث افزایش نفوذ در مرز دانه‌ها و همچنین در داخل دانه‌ها می‌شود (۲۷). در ادامه به بررسی برآزش دو معادله آنلی و سلارز بر روی داده‌های تجربی پرداخته شده است.



شکل ۱: تصویر ریزساختار فلز پایه قبل از عملیات حرارتی.



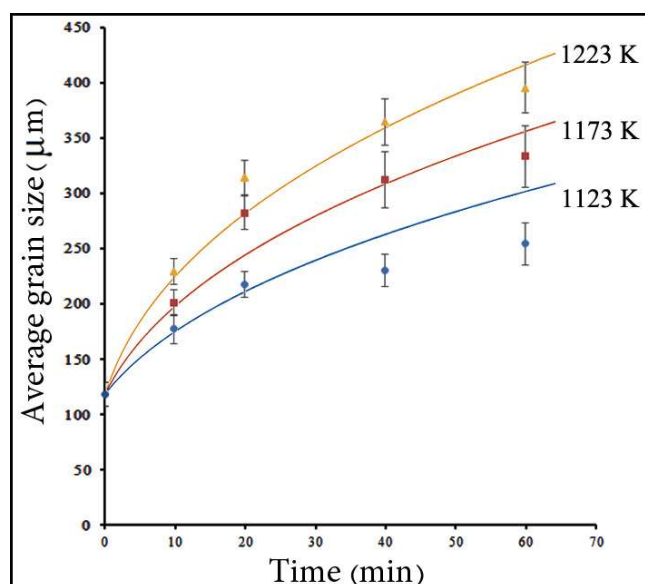
شکل ۲: تصاویر ریزساختار فلز آنبیل شده در دماها و زمان‌های مختلف:
(الف) ۱۱۲۳ K - ۱۰ دقیقه، (ب) ۱۱۲۳ K - ۶۰ دقیقه، (ج) ۱۱۷۳ K - ۱۰ دقیقه،
(د) ۱۱۷۳ K - ۶۰ دقیقه، (هـ) ۱۲۲۳ K - ۱۰ دقیقه و (و) ۱۲۲۳ K - ۶۰ دقیقه.

رشد کندتر دانه (افزایش n) را می‌توان به وجود مقادیر کمی از عناصر ناچیز (trace elements) محلول در ماده نسبت داد که می‌تواند مهاجرت مرز دانه‌ها را به دلیل اثر کشش عناصر محلول به تاخیر بیندازد (۳، ۲۹). در برازش مدل سلارز ضریب $Q=103 \text{ kJ/mol}$ و انرژی فعال‌سازی رشد دانه $k=3.227 \times 10^9$ به دست آمد که تقریباً متناسب با مقدار گزارش شده برای نفوذ در خود مس است.

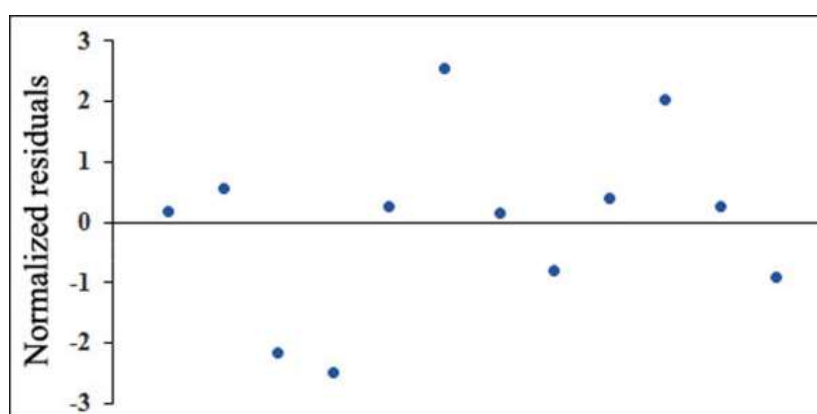
برای بررسی کیفیت برازش داده‌ها با مدل سلارز، باقی‌مانده برای $(R_i = y_i - y(x_i))$ و باقی‌مانده نرمال شده $(R_{\text{Normalized}} = R_i / \alpha_i)$ برای هر داده در اکسل محاسبه شد؛ y_i مقدار آزمایشی اندازه دانه، $y(x_i)$ مقدار برازش مطابق مدل سلارز و α_i خطای استاندارد در اندازه‌گیری اندازه دانه است. نمودار باقی‌مانده‌های نرمال شده در شکل ۴ ارائه شده است. همانطور که در نمودار مشاهده می‌شود، داده‌ها در اطراف مقدار صفر پراکنده شده‌اند و از الگوی خاصی پیروی نمی‌کنند. این نشانه برازشی قابل قبول است. با بررسی داده‌ها در اکسل، میانگین باقی‌مانده‌های نرمال شده برابر با ۰.۰۰۰۳۴ (نزدیک به صفر) و انحراف معیار تقریباً ۱.۴۷ است. پارامتر Durbin-Watson برابر با ۱.۵۶ است.

برازش مدل سلارز

نمودارهای به دست آمده از برازش مدل سلارز بر روی داده‌ها در شکل ۳ نشان داده شده است. در برازش مدل سلارز بر روی داده‌ها، $n = 2.273$ به دست آمد که با مقدار $n = 2$ در نظریه کلاسیک رشد دانه متفاوت است. در بسیاری از مواد حتی با خلوص بالا مانند فلزات خالص تصفیه شده ناحیه‌ای با مقدار ناخالصی در حد چند ppm، مقادیر تجربی برای توان رشد دانه برابر با ۲ نمی‌شود و مقادیر بزرگتر از ۲ گزارش شده است (۵، ۲۶، ۲۸). توان‌های بیشتر از ۲ نتیجه غیر ایده‌آل بودن (عدم انطباق با مدل) موادند. از عوامل مهم از بین رفتن حالت ایده‌آل می‌توان به ساختار اولیه غیر هم‌محور دانه‌ها، حضور یا ایجاد یک بافت، حضور ناچیز فاز دوم و یا سایر نواقص قفل‌کننده نام برد. این مقدار n متفاوت را می‌توان به دلیل انرژی کم مورد نیاز برای رشد دانه در نظر گرفت که به راحتی تحت تأثیر اثر قفل کردن عناصر محلول و ذرات فاز ثانویه قرار می‌گیرد (۲۶). اگرچه ذرات فاز ثانویه در مس خالص تجاری مورد استفاده در این تحقیق مشاهده نشد، اما



شکل ۳: نتایج برازش مدل سلارز بر داده‌های تجربی.

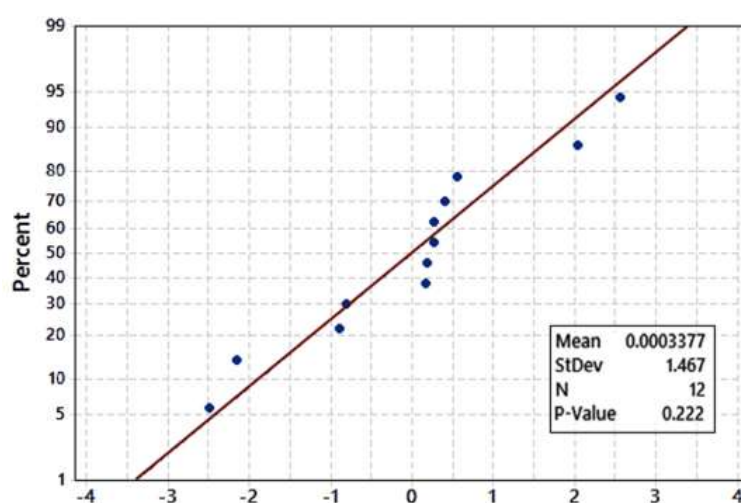


شکل ۴: نمودار باقی‌مانده‌های نرمال شده برازش سلارز.

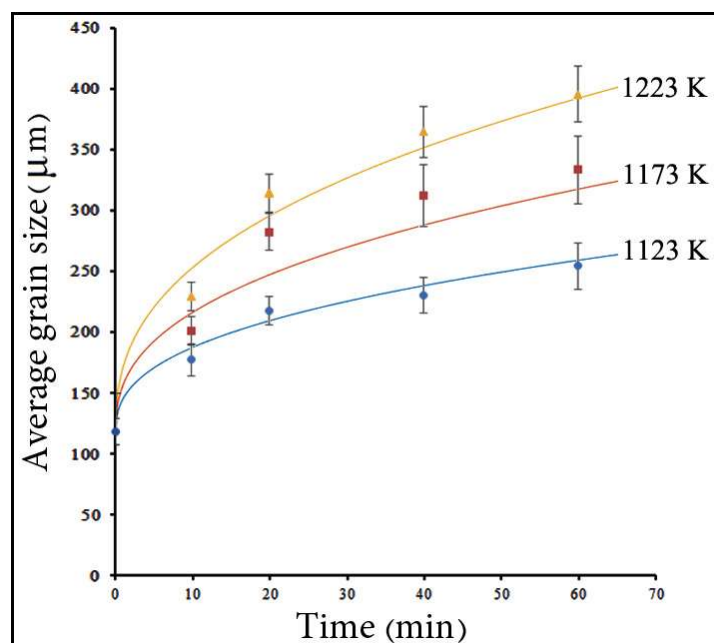
باقی‌مانده‌های نرمال شده برابر است با 0.00018 - (نزدیک به صفر) و با انحراف معیار 0.97 و پارامتر دوربین واتسون حدود 2.49 است. نتایج آزمون اندرسون-دارلینگ در شکل ۸ نشان داده شده است. نتایج نشان می‌دهد که باقی‌مانده‌های نرمال شده دارای توزیع نرمال بوده و مقدار P برابر با 0.559 است. با مقایسه کلی نتایج برازش سلارز و آنلی، به نظر می‌رسد که هر دو مدل بطور مناسبی بر داده‌ها برازش می‌شوند. با توجه به اینکه مدل سلارز از پیشینه نظری بیشتر و شهرت بیشتری در بین محققان برخوردار است، نویسندگان ترجیح می‌دهند این مدل را پیشنهاد کنند. اگرچه بنظر می‌رسد این مدل‌ها هنوز نیاز به اصلاح داشته و برای این منظور نیاز به جمع‌آوری داده‌های بیشتر در محدوده دمایی گسترده‌تر و اندازه‌گیری سه‌بعدی اندازه دانه می‌باشد.

برای بررسی توزیع گاوسی باقی‌مانده‌های نرمال شده از آزمون اندرسون-دارلینگ استفاده شد. نتایج آزمون در شکل ۵ نشان داده شده است. مقدار P برابر با 0.222 به دست آمد که بیشتر از سطح معنی داری در نظر گرفته شده 0.05 است. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که باقی‌مانده‌های نرمال شده دارای توزیع نرمال با حد اطمینان بیش از 95 درصد هستند. برازش به مدل آنلی

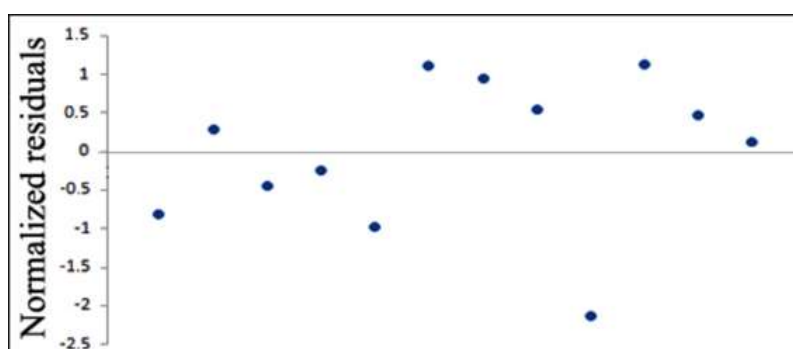
نتایج و نمودارهای برازش مدل آنلی بر روی داده‌های رشد دانه در شکل ۶ نشان داده شده است. مقادیر $m=0.3944$ و $Q=7.589 \times 10^4$ kJ/mol، $B=9.539 \times 10^4$ به دست آمد. نمودار باقی‌مانده‌های نرمال شده در شکل ۷ نشان داده شده است. باقی‌مانده‌ها در اطراف صفر پراکنده شده‌اند و هیچ روند خاصی در نمودار دیده نمی‌شود. میانگین



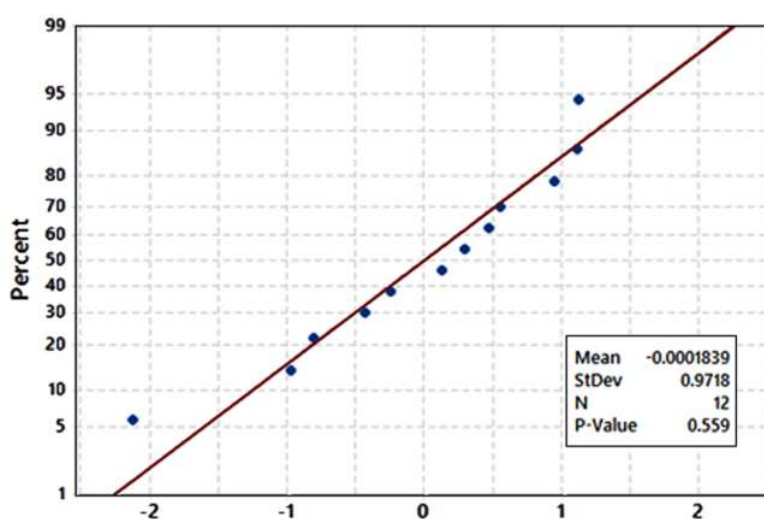
شکل ۵: نتایج آزمون اندرسون-دارلینگ بر روی باقی مانده‌های نرمال برازش مدل سلارز.



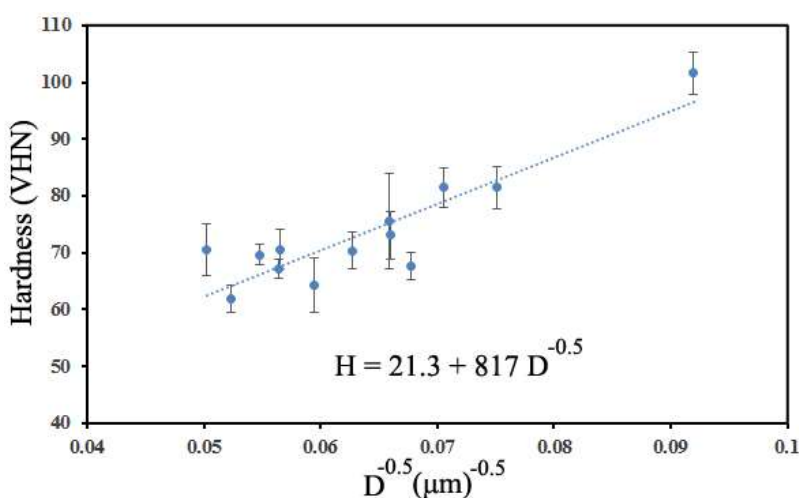
شکل ۶: نتایج برازش مدل آنلی بر روی داده‌های تجربی.



شکل ۷: نمودار باقی مانده‌های نرمال برازش مدل آنلی.



شکل ۸: نتایج آزمون اندرسون-دارلینگ بر روی باقی‌مانده‌های نرمال برازش مدل آنلی.



شکل ۹: نمودار متوسط سختی ویکرز بر اساس $\frac{1}{\sqrt{D}}$.

بررسی خواص مکانیکی

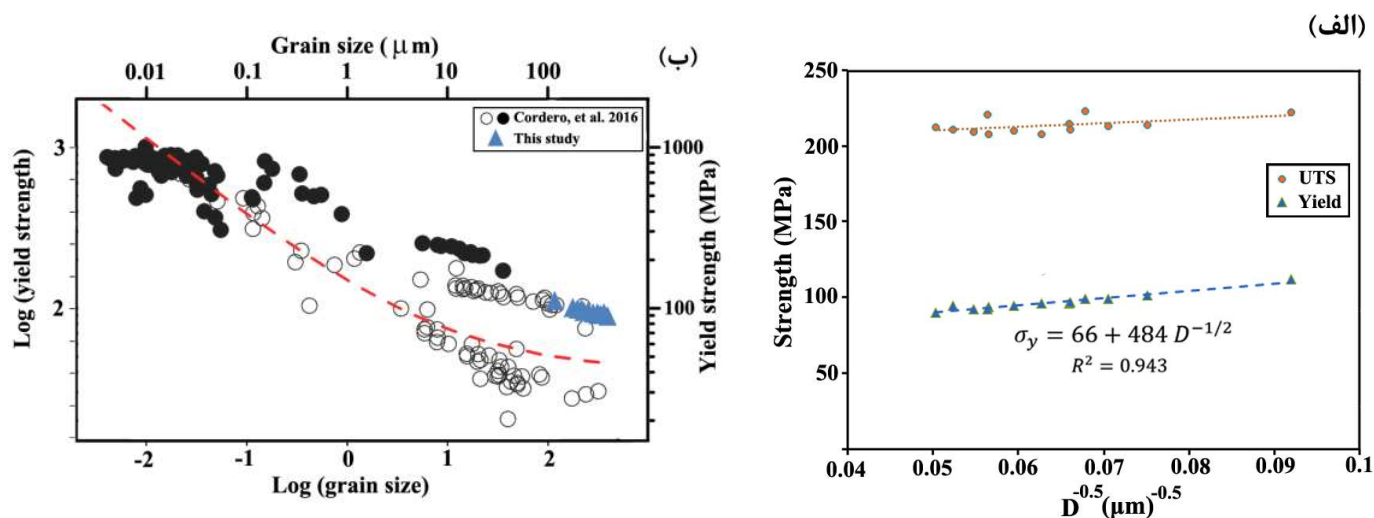
سختی‌سنجی

داده‌ها، تطابق مناسبی با فرمول حاصل شده و ثابت $\mu\text{m}^{0.5}$ $H_0 = 21.3 \text{ VHN}$ و $k_H = 817 \text{ VHN}$ بدست می‌آید.

آزمون کشش

نتایج آزمون کشش نشان داد که استحکام تسلیم و کششی مس در اثر عملیات حرارتی کاهش می‌یابد. هر چه دمای آنیل و یا زمان آن افزایش یابد استحکام ماده کمتر می‌شود که به دلیل افزایش اندازه دانه و کاهش اثر استحکام بخشی مرز دانه‌ها است. نتایج استحکام تسلیم و کششی نمونه پایه و نمونه‌های عملیات حرارتی شده در شکل ۱۰ (الف) نشان داده شده است. با رسم استحکام تسلیم بر اساس معکوس جذر اندازه دانه مشاهده می‌شود که داده‌ها مطابقت خوبی با فرمول هال-پچ دارند و ثابت $\sigma_0 = 484 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{0.5}$ و $\sigma_1 = 66 \text{ MPa}$ بدست می‌آید.

با افزایش دمای آنیل و همچنین زمان آنیل، سختی نمونه‌ها کاهش می‌یابد زیرا رشد دانه اتفاق افتاده و مقدار مرز دانه‌ها که به عنوان موانعی در مقابل حرکت نابجایی‌ها عمل می‌کنند کاهش می‌یابد. ارتباط بین استحکام تسلیم و اندازه دانه در بسیاری از فلزات و آلیاژها، ترکیبات بین فلزی و آلیاژهای چندفازی توسط رابطه هال-پچ برای محدوده وسیعی از اندازه دانه اثبات شده است. تغییرات ریزسختی نمونه‌ها با معکوس ریشه اندازه دانه $(\frac{1}{\sqrt{D}})$ در شکل ۹ نشان داده شده است. همانطور که دیده می‌شود با برازش مدل هال-پچ بر روی



شکل ۱۰: (الف) نتایج استحکام تسلیم و کششی بر اساس $\frac{1}{\sqrt{D}}$. (ب) مقایسه نتایج استحکام تسلیم با تحقیقات دیگران بر روی مس بر اساس مرجع (۳۰).

به دست آمده از تحلیل تصاویر متالوگرافی به اندازه دانه‌های سه بعدی تبدیل شد و به مدل‌های سلارز و آنلی برازش شد. پارامترهای برازش مدل سلارز $k=3.227 \times 10^9$ ، $Q=103$ kJ/mol و $n=2.273$ به دست آمد.

پارامترهای برازش مدل آنلی $B=9.539 \times 10^4$ kJ/mol، $Q=75.89$ و $m=0.3944$ به دست آمد.

تجزیه و تحلیل باقی مانده‌ها از مدل سلارز و همچنین مدل آنلی نشان داد که باقی مانده‌ها دارای میانگینی نزدیک به صفر هستند و آزمون اندرسون-دارلینگ نشان داد که باقی مانده‌ها دارای توزیع گاوسی هستند.

اگرچه داده‌ها را می‌توان با هر دو مدل سلارز و آنلی برازش داد، به دلیل وجود پشته‌های نظری بیشتر، مدل سلارز پیشنهاد می‌شود.

نتایج ریزسختی سنجی ویکرز نشان داد که سختی با افزایش اندازه دانه کاهش می‌یابد و با برازش رابطه هال-پچ سختی ثابت $k_H=817$ VHN. $\mu m^{0.5}$ و $H_0=21.3$ VHN بدست می‌آید.

استحکام تسلیم کششی با افزایش دما و زمان عملیات حرارتی (با افزایش اندازه دانه) کاهش می‌یابد و طبق رابطه هال-پچ ثابت $\sigma_i=66$ MPa و $k_\sigma=484$ MPa. $\mu m^{0.5}$ بدست می‌آید.

در مقاله‌ای مروری تحقیقات محققان مختلف برای مس در محدوده وسیعی از اندازه دانه (۰/۰۵ تا ۳۲۰ μm)، جمع‌آوری شده است (۳۰). شکل ۱۰ (ب) مقایسه بین نتایج بین این پژوهش و تحقیقات محققان را نشان می‌دهد. اگرچه بطور کلی پراکندگی نسبتاً زیادی در داده‌های گزارش شده وجود دارد ولی همانطور که دیده می‌شود داده‌های این پژوهش در محدوده سایر داده‌های گزارش شده قرار دارند. از دلایل پراکندگی داده‌ها می‌توان گفت که اکثر نتایج در مرجع مذکور بر اساس کرنش مومسان ۰/۲٪ و برخی بر اساس کرنش مومسان بزرگتر در حد ۱٪ آورده شده است. از دیگر دلایل پراکندگی داده‌ها می‌توان به روش‌های مختلف آماده سازی و آزمون نمونه‌ها اشاره کرد. روش‌های مختلف عملیات ترمومکانیکی استفاده شده برای تولید نمونه‌ها منجر به تولید بافت‌های مختلف می‌شود. همچنین خلوص متفاوت نمونه‌ها بر رفتار استحکام بخشی توسط اندازه دانه تاثیر می‌گذارد (۳۰).

۴. نتیجه‌گیری

در این تحقیق، مس خالص تجاری در دماهای بالا و زمان‌های مختلف برای بررسی رشد دانه در کوره قرار داده شد. نتایج

References

- 1- Moravec J. Determination of the grain growth kinetics as a base parameter for numerical simulation demand. *MM Science Journal*. 2015;03:649-53.
- 2- Kou S. *Welding Metallurgy*. Second Edition ed. New Jersey: Wiley; 2003.
- 3- Lin C-K, Su Y-H, Hwang W-S, Lin G-R, Kuo J-C. On pinning effect of austenite grain growth in Mg-containing low-carbon steel. *MATERIALS SCIENCE AND TECHNOLOGY*. 2018;34(5):596-606.
- 4- Bourell DL, Kaysser W. Effect of nonisothermal heating or cooling on grain growth. *Acta metall mater*. 1993;41(10):2933-2937.
- 5- Aval HJ, Serajzadeh S, Kokabi AH. Prediction of Grain Growth Behavior in HAZ During Gas Tungsten Arc Welding of 304 Stainless Steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2009;18:1193-200.
- 6- Jiao S, Penning J, Leysen F, Houbaert Y, Aernoudt E. The Modeling of the Grain Growth in a Continuous Reheating Process of a Low Carbon Si-Mn Bearing TRIP Steel. *ISI International*. 2000;40(10):1035-40.
- 7- Ji HC, Li YM, MA CJ, LONG HY, LIU JP, WANG BY. Modeling of austenitic grain growth of 21-4N steel. *METALURGIJA*. 2019;58(1-2):83-6.
- 8- ASM Specialty Handbook - Copper and Copper Alloys. USA, Materials Park: ASM International; 2001.
- 9- Huang J, Xia J, Zhang H, Zhao X. Microstructural Characteristics of a Stainless Steel/Copper Dissimilar Joint Made by Laser Welding. *Metall Mater Trans A*. 2013;44:3690.
- 10- Naik SN, Walley SM. The Hall-Petch and inverse Hall-Petch relations and the hardness of nanocrystalline metals. *Journal of Materials Science*. 2020;55:2661-81.
- 11- Schino AD, Barteri M, Kenny JM. Effects of grain size on the properties of a low nickel austenitic stainless steel. *Journal of Materials Science*. 2003;38(23):4725-33.
- 12- GHOURI IM, BUTT MZ, RAZA SM. Grain growth in copper and alpha-brasses. *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE*. 1990;25:4782-4.
- 13- Vogel S, Klimanek P. Computer-Aided Investigation of Isothermal Grain Growth in Copper and Brass. *Materials Science Forum*. 1996;204-206:449-54.
- 14- Lu L, Tao NR, Wang LB, Ding BZ, Lu K. Grain growth and strain release in nanocrystalline copper. *J Appl Phys*. 2001;89(11):6408-14.
- 15- Wu W, Ernur D, Brongersma SH, Hove MV, Maex K. Grain growth in copper interconnect lines. *Microelectronic Engineering*. 2004;76:190-4.
- 16- Zhu KN, Ruan Q, Godfrey A. The kinetics of grain growth in near-micrometre grain size copper produced by spark plasma sintering, 36th Risø International Symposium on Materials Science; Risø, Denmark 2015. 1-6.
- 17- Wu B, Chen B, Zou Z, Liao S, Deng W. Thermal Stability of Ultrafine Grained Pure Copper Prepared by Large Strain Extrusion Machining. *Metals*. 2018;8(381):1-13.
- 18- Caron RN, Barth RG, Tyler DE. Metallography and Microstructures of Copper and Its Alloys. In: Voort GFV, editor. *ASM Handbook*. 9: ASM International; 2004. p. 775-88.
- 19- Xu D, Ji C, Zhao H, Ju D, Zhu M. A new study on the growth behavior of austenite grains during heating processes. *Scientific Reports*. 2017;7:1-13.
- 20- Chen R, Zheng Z, Li J, Li N, Feng F. In Situ Investigation of Grain Evolution of 300M Steel in Isothermal Holding Process. *Materials*. 2018;11:1-14.
- 21- SHIRDEL M, MIRZADEH H, PARSA MH. Microstructural Evolution During Normal/Abnormal Grain Growth in Austenitic Stainless Steel. *Metall Mater Trans A*. 2014;45A:5185-93.
- 22- Mishra S, DebRoy T. Non-isothermal grain growth in metals and alloys. *Materials Science and Technology*. 2006;22(3):253-78.
- 23- BANERJEE K, MILITZER M, PEREZ M, WANG X. Nonisothermal Austenite Grain Growth Kinetics in a Microalloyed X80 Linepipe Steel. *Metall Mater Trans A*. 2010:1-12.
- 24- Hughes IG, Hase TPA. *Measurements and their Uncertainties: a practical guide to modern error analysis*: Oxford University Press; 2010.
- 25- Standard test method for tension testing of metallic materials. *ASTM E 8M-99*: ASTM; 1999.
- 26- Humphreys FJ, Hatherly M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena* 2nd ed: Elsevier Ltd.; 2004.
- 27- Prokoshkina D, Esin VA, Wilde G, Divinski SV. Grain boundary width, energy and self-diffusion in nickel: Effect of material purity. *Acta Materialia*. 2013;61:5188-97.
- 28- Kim B-N, Hiraga K, Morita K. Kinetics of Normal Grain Growth Depending on the Size Distribution of Small Grains. *Materials Transactions*. 2003;44(11):2239-44.
- 29- Devra VK, Maity J. Solute drag effect on austenite grain growth in hypoeutectoid steel. *Philosophical Magazine Letters*. 2020;100(6):245-59.
- 30- Cordero ZC, Knight BE, Schuh CA. Six decades of the Hall-Petch effect – a survey of grain-size strengthening studies on pure metals. *International Materials Reviews*. 2016;61(8):495-512.