کامپوزیتسازی درجای Al/Al₃Mg₂ بر سطح آلومینیوم ۱۰۵۰ توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی*

مسعود مصلایی پور^(۱) شاهین ارشدی راستابی^(۲)

چکیدہ

به منظور اصلاح ساختار و بهبود خواص مکانیکی سطحی آلیاژ آلومینیوم ۱۰۰۰، کامپوزیت آلومینیوم-منیزیوم توسط فرایند اصطکاکی اغتشاشی بر سطح آلیاژ مذکور ایجاد شد. مطالعات ساختاری نشان داد که با اعمال یک پاس بر زیرلایه آلومینیوم دریافتی، دانهبندی از حالت ستونی و کشیده به دانههای هم محور تبدیل می شود. مطالعات انجام شده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی مجهز به آنالیز نقطهای و آنالیز فازی پراش اشعه ایکس حاکی از تشکیل ترکیب بین فلزی Al₃Mg₂ در نمونه یکامپوزیت شده با چهارپاس بود. مطالعات انجام شده دلالت بر تاثیر قابل ملاحظهی تعداد پاسهای فرایند و استفاده از پودر منیزیوم بر دانهبندی ناحیه یک میوزیت شده داشت. به عبارت دیگر متوسط اندازه دانهی ناحیه کامپوزیت شده از ۲۰±۰۰ میکرومتر در نمونه یکامپوزیت شده با یکاس برد رامند. به عبارت دیگر متوسط ماه ی نادیز قابل ملاحظه ی تعداد پاسهای فرایند و استفاده از پودر منیزیوم بر دانهبندی ناحیه یک میوزیت شده داشت. به عبارت دیگر متوسط اندازه دانه ی ناحیه کامپوزیت شده از ۲۰±۰۰ میکرومتر در نمونه یکامپوزیت شده با یک پاس بدون پودر به ۲±۲ میکرومتر در نمونه ی مونه ی مور میزیوم تا داخان ای می میونه یک میوزیت شده با یک پاس بادون پودر به ۲±۲ میکرومتر در نمونه ی مور می می مواند دار داخان میانه یافتاده از پودر میونه یکامپوزیت شده با یک پاس بادون پودر به ۲±۲ میکرومتر در نمونه ی مور دانه ی میکرومتر در نمونه یکامپوزیت شده با یک پاس بادون پودر به ۲±۲ میکرومتر در نمونه ی مور می می موله یا ی میکرومتر در نمونه یکامپوزیت شده با یک پاس بادون پودر به ۲±۲ میکرومتر در نمونه یا میکام کششی فلزپایه بود.

واژدهای کلیدی فرایند اصطکاکی اغتشاشی، کامپوزیت، آلومینیوم، منیزیوم، سختی، استحکام.

In-situ Composition of Al/Al₃Mg₂ on Al-1050 Surface by Friction Stir Processing

M. Mosalaeepour

Sh. Arshadi Rastabi

Abstract

In order to improve the structural and mechanical properties of Al-1050, Al/Mg composite was processed on the surface of this alloy by using friction stir processing. Structural studies showed that one pass FSP on the as-received aluminum substrate changed the grain shape from stretched grains to equiaxed. Microstructural studies by scanning electron microscope equipped with EDS spot analysis and X-ray diffraction phase analysis revealed the formation of Al_3Mg_2 intermetallic compound in the 4-pass FSprocessed sample. Microstructural studies revealed the significant effect of number of FSP passes and using of Mg particles on the grain size of the FSP area, i.e. grain size in this area changed from 50±10 μ m in the FS-processed sample with one pass and without Mg particles to 6±2 μ m in FS-Processed sample with four passes and Mg particles. Tensile strength test showed a 70% improvement of tensile strength of the composite compared to that of the base metal.

Key words FSP, Composite, Al, Mg, Hardness, Strength.

^{*} نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹۳/۱۲/۶ و نسخهٔ پایانی آن در تاریخ ۹٤/۷/۷ به دفتر نشریه رسیده است.

⁽۱) دانشیار، دانشکده مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه یزد.

⁽۲) نویسنده مسئول: دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه یزد.

فلزی آلومینیوم - کروم بیان شده است. تحقیقات زیادی در خصوص کامپوزیت سازی درجای سطحی توسط عملیات FSP ارائه شده است [12-15]. کی و همکاران [12] با استفاده از پودر فلز نیکل و انجام فرایند FSP در سه پاس روی زیرلایه آلومینیومی، توانستند ترکیب بین فلزی Al₃Ni را ایجاد و سختی سطحی زیرلایه را افزایش دهند. در پژوهشی دیگر لی و همکاران [13] با جایگذاری ذرات فلز مولیبدن موفق به تشکیل ترکیبات بین فلزی غنی از آلومینیوم – مولیبدن در سطح زیرلایه شدند که بواسطه آن افزایش محسوس سختی و استحکام زیرلایه آلومینیومی را در پی داشت.

پودر منیزیم در ساخت کامپوزیت های درجا استفاده ی زیادی شده است. محققان در ساخت کامپوزیت بیشتر از پودر منیزیم به منظور جذب اکسیژن از اکسید فلزاتی چون اکسید مس [14] و اکسید تیتانیوم [15] و افزایش واکنش فلز ثانویه با زمینه استفاده کردهاند. از طرفی فلز منیزیم بدلیل واکنش پذیری خوبی کسبا آلومینیوم دارد به عنوان عامل اصلی استحکام دهندگی در آلیاژهای آلومینیوم سری 5xxx به شمار میرود [16]. عدم استفاده از پودر منیزیم به عنوان تقویت کننده ی اصلی موجب شد در این پژوهش به منظور بهبود خصوصیات سطحی زمینه ی آلومینیوم امه. ارای اولین بار از پودر منیزیم به عنوان ذرات

مواد و روش تحقیق

در این پژوهش از آلیاژ آلومینیوم ۱۰۵۰ با ضخامت ۸ میلیمتر به عنوان زیرلایه و پودر منیزیوم با اندازه ذرات کوچکتر از ٤۰ میکرومتر به عنوان ذرات تقویتکننده و با هدف کامپوزیتسازی سطحی استفاده شد. تست کوانتومتری گرفته شده از زیرلایهی آلومینیومی حضور Ti۰/۰۳wt% ،Si۰/۲۵wt% و شان داد. و Mn۰/۰۵wt% در زمینه آلومینیوم را نشان داد.

به منظور کامپوزیتسازی، ورق آلومینیومی در ابعاد ۱۷۰×٤۰ میلیمتر مربع برش و برای اضافه کردن مقادیر

مقدمه

امروزه بسیاری از پژوهشگران در تلاش اند موادی با استحکام بالا و وزن کم تولید کنند. آلومینیوم و آلیاژهای آن از جمله موادی است که دارای استحکام ویژه مناسبی میباشد، از این رو تلاش برای بهبود خواص این آلیاژها میتواند زمینه از استفاده گسترده از آنها در صنایع مختلف باشد [1 و 2]. کامپوزیت سازی یکی از روش های بهبود خواص آلیاژهای آلومینیوم میباشد (5-6]. یکی از این تکنیکهای کامپوزیت سازی، فرایند اصطکاکی اغتشاشی (FSP) است. این روش اگرچه در واقع شده است ولی به خاطر سهولت در انجام فرایند و مزایای آن، پتانسیل زیادی برای استفاده گسترده در صنعت را نیز دارد [7].

جوشکاری اصطکاکی اغتشاشی برای اولین بار در موسسهی جوشکاری انگلستان (TWI) در سال ۱۹۹۱ به عنوان تکنیک جوشکاری در حالت جامـد ابـداع شـد و بـرای آلیاژهـای آلومینیـوم بـه کـار رفـت [8]. فراینـد اصطکاکی اغتشاشی یک تکنیک حالت جامد بـر پایـهی جوشـکاری اصطکاکی اغتشاشـی (FSW) بـه منظـور اصلاح ساختار، همگن کردن ساختار و ایجاد کامپوزیت سطحی به صورت درجا میباشـد کـه توسط میشرا و همکارانش [9 و 10] توسعه یافته است. در این فرایند از یک ابزار شامل پین و شانه استفاده میشـود کـه شانه عمل تولید حرارت و پین عمل هم زدن ماده را بر عهده دارد، که نتیجهی آن وارد شدن ذرات تقویـتکننـده بـه داخل زمینه و تولید کامپوزیت است.

اخیرا انوری و همکارانش [11] با اضافه کردن پودر اکسید کروم به زمینهی آلومینیوم توانستند کامپوزیت زمینه فلزی با ترکیبات بین فلزی Al₁₃Cr₂ و Al₁₃Cr₂ م تولید کنند که منجر به افزایش سختی و استحکام فلز پایه شد. در این تحقیق با ایجاد حرارت در قطعهی آلومینیومی ناشی از چرخش ابزار روی قطعه و تغییر فرم پلاستیک شدید اکسید کروم تجزیه شده و کروم با فلز آلومینیوم ترکیبات بین فلزی تشکیل دادند. عامل اصلی افزایش سختی و استحکام، تشکیل ترکیبات بین

مختلف پودر منیزیوم، شیارهایی با عمق متفاوت به ابعاد مختلف پودر منیزیوم، شیارهایی با عمق متفاوت به ابعاد روی ورق ایجاد شد. سپس پودر درون شیار ریخته و با اعمال FSP توسط ابزار بدون پین دهانه شیار بسته شد. در ادامه با ابزار پیندار کامپوزیت سازی سطحی انجام شد. در حالتهای چند پاس، پاسها به صورت رفت و برگشتی و پس از سرد شدن کامل نمونه اعمال شد. کامپوزیت سازی در تعداد پاسهای یک تا چهار پاس انجام گرفت. به منظور واکنش بیشتر منیزیم با زمینه، کامپوزیت ٤ پاس با شیار به عمق ۲ میلیمتر به مدت ۱ ساعت و دمای ۳٦۰ درجه سانتیگراد عملیات حرارتی شد.

در این تحقیق، از دستگاه فرز به منظور انجام FSP استفاده شد. فولاد H13 جهت ساخت ابزار مخروطی رزوهدار (قطر شانه ۱۸ میلیمتر، قطر پین ٦ میلیمتر و ارتفاع پین ۳ میلیمتر) مورد استفاده قرار گرفت. بر اساس مطالعات صورت گرفته، سرعت ۷۱۰ دور بر دقیقه برای چرخش، سرعت ۲۰ میلیمتر بر دقیقه برای پیشروی و زاویهی انحراف ۳ درجه برای ابزار انتخاب شد [17].

بررسی های میکروسکوپی از مقطع عرضی نمونه ها و با هدف بررسی ساختار و مشاهده ی ذرات تقویت کننده صورت گرفت. از محلول بارکر با ترکیب HBF₄ ۵ گرم و ۲۰۰ میلیلیتر آب مقطر جهت حکاکی نمونه ها به منظور مشاهده ی دانه بندی استفاده شد. عملیات حکاکی به صورت الکترواچ با کاتد فولاد زنگ نزن و آند قطعه کار با ولتاژ ۱۵ ولت و مدت زمان ۳ دقیقه انجام گرفت. اندازه گیری دانه ها در این تحقیق با استفاده از نرمافزار Clemex انجام شد. مطالعات ریز ساختاری توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل PHENOM مجهز به آنالیز گر نقطه ای (EDS) و میکروسکوپ نوری پلاریزه مدل OLYMPUS BX60M صورت گرفت. آنالیز فازی پراش اشعه ایکس به منظور تعیین نوع

تحت پرتو Cu-Ka با طول موج ۱/۵٤ نانومتر و نرخ روبشی ۱ درجه بر دقیقه انجام شد. بررسی های سختی به منظور تعیین سختی کامپوزیت با استفاده از دستگاه میکروسختی مدل THV-501E و با میزان بار ۱/۹۲ نیوتن و مدت زمان بارگذاری ۲۰ ثانیه انجام شد. برای ارزیابی خواص کششی، نمونههای کشش از مرکز ناحیهی اغتشاش یافته و با طول سنجه ۲٦ میلیمتر در امتداد مسیر FSP تهیه شد. آزمون کشش با نرخ کرنش^{۳-۱}۰۱ بر ثانیه توسط دستگاه آزمون کشش مدل متوسط خصوصیات کششی سه نمونه به عنوان متوسط خصوصیات کششی آن نمونه در نظر گرفته شد.

نتايج و بحث

تاثیر منیزیم بر ناحیهی اغتشاش یافته (SZ). ساختار فلزپایه دریافتی و تاثیر تعداد پاس FSP بر ساختار ناحیه اغتشاش یافته (SZ) در شکل (۱) نشان داده شده است. همان طور کـه در شـکل (۱–الـف) مشـاهده مـیشـود دانهبندی فلزیایه به صورت دانه هایی ستونی و کشیده در جهت نورد میباشد، در حالی که ساختار زیرلایه، با اعمال یک پاس FSP، از حالت ستونی و کشیده به ساختاری با دانهبندی هممحور تبدیل شده است (شکل ۱-ب). همچنین با اعمال پاسهای دوم، سوم و چهارم ساختار اغتشاش یافته ریزدانه تر شده است (اشکال ۱-ج، ۱-د و ۱-۰). علت تغییر شکل دانهها از حالت کشیده به هممحور بعد از عملیات FSP، تبلور مجدد دینامیکی رخ داده حـين عمليـات FSP در زيرلايـهي ألومينيـومي می باشد [18]. هامفری [۱۹] گزارش نمود با تکرار پاس، بدلیل افزایش مکان های مناسب جوانهزنی (مرزدانهها)، جوانههای بیشتری تشکیل شده و فضا برای رشد دانه محدود می شود. بعبارت دیگر با افزایش تعداد یاس دانه ها ریزتر می شود. در جدول (۱) تاثیر تعداد پاس بر اندازهی دانهی اغتشاش یافته را نشان می-دهد.



شکل ۱ تاثیر عملیات FSP بر ساختار آلومینیوم ۱۰۵۰ الف) دانهبندی فلز پایه دریافتی، ب) نمونه FSP شده در ۱ پاس، ج) نمونه FSP شده در ۲ پاس، د) نمونه FSP شده در ۳ پاس و ه) نمونه FSP شده در ٤پاس

٤ پاس	۳ پاس	۲ پاس	تکپاس	نمونه
٤±٣٢	٥±٣٨	۸±٤٦	۱۰±۵۰	اندازهی دانه در اغتشاش یافته (میکرومتر)

جدول ۱ اندازهی دانه ناحیهی اغتشاش یافته در نمونه های تک پاس، ۲ پاس، ۳ پاس و ٤ پاس

را تشکیل میدهند. بعبارتی بازیابی دینامیکی در ماده اتفاق میافتد. بدلیل زیاد بودن انرژی نقص در چیده شدن آلومینیوم، بازیابی شدت زیادی داشته و تبلور مجدد به تاخیر میافتد [21-23]. با اضافه شدن پودر منیزیم به زمینه آلومینیم، انرژی نقص در چیده شدن کاهش مییابد [24]. کاهش در انرژی نقص در چیده

انرژی نقص در چیده شدن بالای آلومینیم (۱۰۳ میلیژول بر متر مربع برای آلومینیوم خالص) [20]، موجب حرکت آسان نابجاییها (صعود و یا لغزش) میشود. بدلیل ایجاد تغییر فرم پلاستیک زیاد همراه با FSP دانسیته نابجاییها افزایش یافته، نابجاییها حرکت کرده و آرایش مجدد مییابند که مرزهای فرعی

شدن باعث مشکل شدن حرکت نابجاییها شده که تشکیل مرزهای فرعی را مشکل میکند بنابراین شدت بازیابی کمتر از حالت بدون منیزیم شده و شدت تبلور مجدد دینامیکی افزایش مییابد [20].

رابطه (۱) تاثیر اضافه شدن منیزیـوم بـر آلـومینیم را نشان میدهد [20]:

$$\operatorname{Ln}(\gamma/\gamma_0) = K_{\gamma} \left[C/(1+C) \right] \tag{1}$$

در رابطه (۱) C نسبت تراکم نامیده می شود که می- X_{Mg} نیز نوشته شود. که در آن X_{Mg}/X_{Mg} نیز نوشته شود. که در آن ک کسر حجمی منیزیوم و X_{Mg} حد حلالیت منیزیم در آلومینیوم است. γ و γ_0 به ترتیب انرژی نقص در چیده شدن در حضور و عدم منیزیم (فلز خالص) و X عدد ثابت می باشد. بنابراین رابطهی (۱) به فرم رابطه (۲) قابل بازنویسی است:

 $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2\}$ (۲) $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2\}$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2\}$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2\}$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2\}$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2\}$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2\}$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2\}$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2\}$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2\}$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2\}$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2\}$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2\}$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2\}$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2\}$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2\}$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2\}$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2\}$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2\}$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \div (1 + X_{Mg}/X^*_{Mg})]^2$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \land (1 + Y_{Mg}/X^*_{Mg})]^2$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \land (1 + Y_{Mg}/X^*_{Mg})]^2$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \land (1 + Y_{Mg}/X^*_{Mg})]^2$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{\gamma}[(X_{Mg}/X^*_{Mg}) \land (1 + Y_{Mg}/X^*_{Mg})]^2$ $\gamma_{Al-Mg} = \gamma_0 \times \exp\{K_{$

منیزیوم به داخل زیرلایه، مقدار انرژی نقص در چیده شدن برای ۱۰٪ منیزیم (نمونه با عمق شیار ۱ میلیمتر)، ۷۵ میلی ژول بر متر مربع و برای ۱۵٪منیزیم (نمونه با عمق شیار ۲ میلیمتر) برابر ۲۲/۰ میلی ژول بر متر مربع بدست آمد. یعنی کاهش انرژی نقص چیده شدن با اضافه شدن مقدار منیزیم. به طور مشابه سالیمان [24] گزارش نمود که با اضافه شدن منیزیوم در آلیاژ آلومینیوم -منیزیوم مقدار انرژی نقص در چیده شدن کاهش می یابد.

بررسی سطح فوقانی نمونههای FSP شده حاکی از کامپوزیتسازی موفق با عمق شیارهای ۱ و ۲ میلیمتر بود. اما بررسی کامپوزیتسازی با عمق شیار ۳ میلیمتر نشان داد که شیار بسته نشده و کامپوزیتسازی با موفقیت صورت نگرفته است. شکل (۲) و شکل (۳) تاثیر تعداد پاس بر ریزساختار اغتشاشیافته در دو وضعیت همراه با پودر منیزیوم بدون پودر منیزیوم را به ترتیب نشان میدهد.



شکل ۲ تصاویر میکروسکوپ نوری از منطقه اغتشاشی در نمونههای FSP شده حاوی پودر منیزیوم: الف) تک پاس، ب) ۲ پاس و ج) ٤ پاس

مقایسه ی شکل (۲) و شکل (۳) نشان می دهد که اضافه کردن پودر منیزیوم، ساختار ٪۲۰۰ تا ٪۲۰۰ ریزدانه تر از نمونه های FSP شده بدون پودر کرده است. با افزایش تعداد پاس، توزیع ذرات منیزیم بهتر شده و مکانهای مناسب برای تبلور مجدد که این مکانها همان ذرات منیزیم باشند افزایش یافته است. از طرفی حضور ذرات منیزیم مانع رشد دانه های تبلور مجدد یافته شده است منیزیم مانع رشد دانه های تبلور مجدد یافته شده است منیزیا مانع رشد دانه های تبلور مجده یافته شده است منیزیم مانع رشد دانه های تبلور مجده یافته شده است منیزیم مانع رشد دانه های تبلور محاد یافته شده است منیزیم مانع رشد دانه های تبلور محاد یافته شده است منیزیم مانع رشد دانه های تبلور محاد یافته شده است منیزیم مانع رشد دانه های تبلور محاد یافته شده است منیزیم مانع رشد دانه های تبلور محاد یافته شده است منیزیم می مشاهده گردید. همان طور که در شکل (۲-الف) دیده می شود اندازه ی دانه ها یکنواخت و منیزیم در زمینه در حالت تک پاس است. با افزایش منیزیم مناسب تر ذرات منیزیم بعد از اعمال دو پاس را توزیع مناسب تر ذرات منیزیم بعد از اعمال دو پاس را نشان می دهد (شکل ۲-ب). در نمونه ی عیاس توزیع

دانهبندی بهتر شده و اندازهدانهها در حدود همدیگر شدهاند. شکل (۲-ج) ساختار نمونه ی عیاس را نشان میدهد که علائم حلقههای پیازی (Onion ring) نیےز در آن قابل مشاهده است. کاهش اندازهی دانه در حضور پودر منیزیم را با استفاده از رابطه (۳) که به رابطهی زنر معروف است مي توان توجيه كرد [25]: $d_{z} = 4 r/3 V_{f}$ (٣) در رابطه (۳)، d_z اندازهی دانـه، r اندازهی آگلومرههـا و V_f کسر حجمی ذرات است. با افزایش تعداد پاس توزیع ذرات بهتر شده و اندازهی دستههای تجمع یافته ذرات کاهش یافته است. از اینرو با توجه به رابطهی زنر هر چـه اندازهی آگلومرههای منیزیم کوچکتر شود اندازهی دانه نیز کوچکتر خواهد شد. جدول (۲) اندازهی دانه را در نمونههای FSP شده حاوی پودر، بر حسب تعداد پاس را نشان میدهد.

جدول۲ تاثیر تعداد پاس بر اندازهی دانه در نمونههای FSP شده حاوی ذرات منیزیم

٤پاس و شیار ۱ میلیمتر	٤پاس و و شيار ۲ ميليمتر	۲پاس و و شیار ۲ میلیمتر	تکپاس و شیار ۲ میلیمتر	نمونه
۳±۱۰	ア土٦	٥±١٥	$\Lambda \pm 1 \Lambda$	اندازهی دانه(میکرومتر)

SZ VOUM TMAZ VOUM HAZ VOUM VOUM HAZ VOUM VOUM HAZ VOUM VOUM HAZ VOUM VO

شکل ۳ تاثیر تعداد پاس بر ناحیهی متاثر از حرارت و کار مکانیکی، الف) تکپاس، ب) ۲ پاس، ج) ۳ پاس و د) ٤ پاس

سال بیست و هشتم، شماره دو، ۱۳۹۲

بررسی منطقه متاثر از حرارت و کار مکانیکی (TMAZ) حاکی از تشکیل دانهبندی درشت تر و کشیده در این ناحیه نسبت به دانهبندی اغتشاش یافته است. در منطقه متاثر از حرارت و کار مکانیکی تنش و دما به اندازهی اغتشاش یافته بالا نبوده از این رو نیروی محرکه لازم برای تبلورمجدد دینامیکی در این ناحیه نسبت به اغتشاش یافته کمتر و تبلور مجدد دینامیکی در این ناحیه از شدت کمتری برخوردار است. شکل (۳) دانهبندی منطقه متاثر از حرارت و کار مکانیکی را در پاس های مختلف نشان میدهد.

بررسیهای میکروسکوپ نوری نشان داد با افزایش تعداد پاس، اندازهی دانه در این ناحیه افزایش یافته است. بدلیل کم بودن شدت تبلور مجدد در این ناحیه، تبلور مجدد با تعداد جوانههای کمتری انجام میگیرد بنابراین امکان رشد دانه فراهم است. دما نیز، در این ناحیه بالاست که به رشد دانه کمک میکند. جدول (۳) اندازهی دانه در منطقه متاثر از حرارت و کار مکانیکی را در تعداد پاسهای مختلف نشان میدهد.

ریزساختار ناحیه متاثر از حرارت (HAZ) فقط متاثر از حرارت فرایند FSP است و تنش چندانی از جانب حرکت ابزار به این ناحیه وارد نمی شود. شکل (٤) تاثیر تعدادپاس بر اندازه دانه در ناحیه متاثر از حرارت را نشان میدهد. بررسی ناحیه متاثر از حرارت نشان داد با اعمال یک پاس FSP دانهها از حالت ستونی به شکل هممحور تبديل شدهاند (شكل ٤-الف). علت را مي توان وقوع تبلور مجدد براي آزاد شدن تنش باقيمانده ناشمي از نورد قبلی در اثر افزایش دما در ناحیه متاثر از حرارت دانست. در این ناحیه به دلیل کم بودن تــنش و دما نسبت به نواحی قبلی (اغتشاش یافته و منطقه متاثر از حرارت و کار مکانیکی)تبلور مجدد با شدت کمتری انجام شده و این ناحیه نسبت به آن دو ناحیه دانهبندی درشت تری دارد. همچنین بررسی ها نشان داد با افزایش تعداد پاس اندازهی دانه در این ناحیه افزایش یافته است (شکل ٤). جدول (٤) نیز اندازهی دانه را در این ناحیـه در تعداد پاس های متفاوت نشان میدهد.

جدول ۳ اندازهی دانه منطقه متاثر از حرارت و کار مکانیکی در نمونههای تکپاس، ۲ پاس، ۳ پاس و ٤ پاس

٤ پاس	۳ پاس	۲ پاس	تکپاس	نمونه
N ٤±٧٨	アンサント	い・セン	い・ナイト	اندازهی دانه (میکرومتر)



شکل ٤ تاثیر تعداد پاس بر دانهبندی ناحیهی متاثر از حرارت. الف) تکپاس، ب) ۲ پاس، ج) ۳ پاس و د) ٤ پاس

تکپاس، ۲ پاس، ۲ پاس و ۲ پاس					
٤ پاس	۳ پاس	۲ پاس	تک پاس	نمونه	
7.±170	ヽo±ヽ・o	アメキュィ	1・土∧7	اندازهی دانه (میکرومتر)	

جدول ٤ اندازهی دانه ناحیهی متاثر از حرارت در نمونههای تکپاس، ۲ پاس، ۳ پاس و ٤ پاس

فاصله گرفتن از SZ



شکل ۵ دانهبندی در مرز بین فلز پایه و منطقهی متاثر از حرارت

با دور شدن از ناحیه متاثر از حرارت و نزدیک شدن به سمت فلزپایه، به دلیل عدم رسیدن حرارت کافی از سوی فرایند FSP، تنش پسماند ناشی از نورد اعمالی بر زیرلایه دریافتی قادر به آزاد شدن نبوده و از شدت تبلور مجدد کاسته شده است. بنابراین تعداد جوانههای بسیار کمتری ایجاد شده است، به طوری که در این ناحیه دانهبندی ستونی فلزپایه قابل مشاهده میباشد. شکل (٥) مرز بین ناحیه متاثر از حرارت و فلز پایه را نشان میدهد که تعدادی از دانههای ایجاد شده در اثر تبلور مجدد، با فلش در این شکل نشان داده شدهاند.

تاثیر تعداد پاس و عملیات حرارتی بر تصویر الکترونی روبشی منطقهی اغتشاشی نمونهها در شکل (٦) نشان داده شده است. با توجه به شکل (٦-الف) و مقایسه آن با ساختار فلز پایه (شکل ۱-الف) مشخص میشود که نقاط سیاه و خاکستری رنگ در شکل (٦-الف) همان پودر منیزیوم جدا شده حین پولیش از سطح میباشد. همانگونه که از قسمتهای مختلف شکل (٦) استنباط میشود با اعمال پاس اول FSP ذرات منیزیوم با توزیع نسبتاً غیریکنواختی وارد زمینه شدهاند، اما با

زمینه واکنش داده است. نقاط روشـن در شـکل (٦–ب) همان ترکیب بین فلزی ایجاد شده حین FSP هستند. با افزایش تعداد پاس تا ٤ پاس، مشاهده شد توزیع مناسبی از ذرات بدست آمده است (شکل ٦-ج). همچنین مشاهده شد واکنش بیشتری بین ذرات منیزیوم با زمينه رخ داده است [25 و 26]. بررسي الگوي تفرق اشعهی ایکس حاکی از تشکیل ترکیب Al₃Mg₂ در نمونهی ٤ ياس بود (شکل ۷). أناليز نقطهای (EDX) گرفته شده از نقاط روشن تشکیل ترکیب بین فلزی Al₃Mg₂ را تائید نموده است (شکل ٦-٥). علت واکنش بیشتر منیزیوم با زمینه را در پاس های بیشتر می توان کوچکتر شدن ذرات منیزیم و خرد شدن آنها دانست که باعث افزایش سطح آزاد آن ها شده و تمایل به واکنش منیزیوم را بالا برده است [27]. از طرفی افزایش دمای وارده به نمونه با اعمال پاس بیشتر، فرصت نفوذ را در ماده فراهم می کند که باعث افزایش واکنش گردیده است [20]. با انجام عملیات حرارتی روی نمونهی ٤ پاس ترکیب بین فلزی بیشتری تشکیل شد که علت آن فرصت کافی برای نفوذ میباشد (شکل ٦–د).

نشریهٔ مهندسی متالورژی و مواد



شکل ٦ تاثیر تعداد پاس بر ریزساختار نمونههای FSP شده. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی الف) تک پاس، ب) ۲ پاس، ج) ٤ پاس، د) ٤ پاس عملیات حرارتی شده و ه) آنالیز طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس از نقاط روشن



بررسیهای میکروسختی ارزیابی سختی نمونه ی FSP شده تک پاس بدون پودر و سختی فلزپایه نشان داد که FSP باعث افزایش سختی می شود. بررسی سختی نمونههای FSP شده بدون پودر حاکی از افزایش سختی با افزایش تعداد پاس بود، به طوری که میانگین سختی در نمونه تکپاس از HV ۲±۲۵ به HV ۲±۰۳ در نمونه ٤ پاس رسیده است. به طور کلی می توان رابطه استحکام تسلیم با اندازه دانه را توسط رابطه هال-پچ بیان نمود [28]:

$$\sigma_{\rm v} = \sigma_0 + K_{\rm v} d^{-1/2} \tag{(\varepsilon)}$$

در صورت عدم حضور کارسختی قابل ملاحظه، رابطه (۵) می تواند به صورت رابطه (۵) بیان شود [28]: H_v = H_{v0} + Kd^{-1/2} در رابطه (۵)، K و H_{v0} ضرایب ثابت هستند. با

رسم نمودار H_v بر حسب ^{1/2} معادله خطی بدست می-آید که ارتباط بین اندازه دانه و سختی را نشان می دهـد. شکل (۸) منحنی رابطهی اندازه دانه را با سـختی نشـان می دهد که رابطهی آن به صورت رابطه (٦) است. (٦) y = 41.856x + 18.748

شکل (۹) منحنی سختی را در نمونههای فلزپایـه، FSP شده با پودر و بدون پودر نشان میدهد. بـا اضـافه



با جایگذاری مقدار عددی اندازه دانه ی نمونه ی ٤ با جایگذاری مقدار عددی اندازه دانه ی نمونه ی ٤ رابطه (٦) سختی برابر ۲۰۲۷ بدست می آید درحالی که حداکثر سختی در این نمونه ۲۰۲۷ بدست آمد که نشان دهنده تاثیر بیشتر ترکیب بین فلزی 2sMg در افزایش سختی نسبت به کاهش اندازه دانه است. بررسیها نشان داد که در نمونه های بدون پودر اندازه دانه بیشترین تاثیر را بر سختی داشته و در نمونه های همراه با پودر منیزیم تشکیل ترکیب 2gMg بیشترین تاثیر را در بهبود سختی داشته است.



شکل ۸ منحنی ارتباط سختی و اندازهی دانه



شکل ۹ پروفیل سختی در امتداد مقطع عرضی نمونههای FSP شده در فاصلهی ۲ میلیمتر از سطح فوقانی

تقویتکننده و زمینه بدلیل عدم تطابق ضرایب انبساط حرارتی.

با توجه به شکل (۱۱-ج) درصد ازدیاد طول در فلز پایه ٪۱۰ است، در حالی که این مقدار در نمونه ٤ پاس بدون پودر در حدود ۱۲٪ میباشد. علت این افزایش در درصد ازدیاد طول را می توان ریزدانه بودن نمونه ی ٤ پاس دانست که باعث ایجاد یک شکست نرم در ماده شده است [30]. این در حالی است کـه درصـد ازدیـاد طول كامپوزيتها با كاهش روبرو شده است. علت اين کاهش را می توان دانسیتهی زیاد نابجایی ها و قفل شدن آنها در پشت ذرات تقویت کننده بیان نمود. به عبارت دیگر با قفل شدن نابجایی در پشت موانع (ذرات تقویت کننده)، حرکت آن ها دشوار شده در نتیجه قابلیت تغییر فرم پلاستیک کاهش می یابد [31]. مقایسه بین کامپوزیتهای ٤ پاس با شیار ۱ میلیمتر و ٤ پاس با شیار ۲ میلیمتر نشان داد با افزایش مقدار منیزیم، استحكام بيشتر شده اما درصد ازدياد طول كاهش يافته است. علت این کاهش را می توان حضور بیشتر تقویت-

بررسی استحکام در شکل (۱۰) تاثیر عملیات FSP، مقدار پودر منیزیوم و تشکیل ترکیبات بین فلزی Al₃Mg₂ بر خصوصیات کششی نمونه ها ارائه شده است. همان طور که از شکل (۱۰ –الف) و شکل (۱۰ – ب) برداشت می شود با اعمال ٤ پاس روی زیرلایهی آلومینیومی، استحکام کششی به میزان ٪۲٤ و استحکام تسلیم به میزان ٪/ افزایش یافته است. که این افزایش ها را مى توان به ظريف تر شدن ساختار نسبت داد [30]. بـا اضافه شدن منیزیم و اعمال ٤ پاس FSP، استحکام کششی به ۵±۱۱۰ مگاپاسکال در نمونهی ٤ پاس با شیار ۲ میلیمتر و ۳±۹۵ مگاپاسکال در نمونـهی ٤ پـاس بـا شیار ۱ میلیمتر رسیده است. طبق مطالعات انجام شده [31 و 32] موارد زیر را می توان از علل افزایش این استحکام دانست: الف) استحکامدهمی اوراوان ناشمی از تجمع نابجایی ها در پشت ذرات تقویت کننده (Al₃Mg₂ در اینجا)، ب) استحکام ناشی از اصلاح دانه (ریز شدن ساختار) و ج) ایجاد تنشهای پسماند بین ذرات

کننده ها در نمونه ی ٤ پاس دانست چرا که تحرک نابجایی ها که یکی از عوامل موثر تغییر فرم پلاستیک است با افزایش درصد تقویت کننده ها کاهش می یابد. در نمونه عملیات حرارتی شده نیز افزایش استحکام و کاهش درصد ازدیاد طول مشاهده شد که علت آن افزایش تشکیل ذرات تقویت کننده سخت (Al₃Mg₂) می باشد.

بررسی سطوح شکست نمونههای کشـش در شـکل (۱۱) نشان داده شده است. حضور دیمپـل.هـا در سـطح شکست فلزپایه دلالت بر شکست نرم ایـن نمونـه دارد

(شکل ۱۱-الف). دیمپل های تشکیل شده در نمونه ی ٤ پاس بدون پودر تا حدودی نسبت به فلزپایه بزرگتر شده و همچنین تغییر فرمهای ایجاد شده در سطح شکست این نمونه نیز نسبت به فلز پایه تشدید شده است که دلالت بر شکست نرمتر این نمونه دارد (شکل ۱۱-ب). همانگونه که در شکل (۱۱-ج) مشاهده می شود با اضافه شدن منیزیم، دیمپل های تشکیل شده در سطح شکست ظریف تر و کم عمق تر شده که دلالت بر تغییر فرم پلاستیک کمتر این نمونه نسبت به نمونه های قبلی دارد.



شکل ۱۱ الف) نمودار استحکام کششی نهایی، ب) تنش تسلیم و ج) درصد ازدیاد طول



شکل ۱۲ شکست نگاری از سطوح شکست نمونههای کشش. الف) فلزپایه، ب) ٤ پاس بدون پودر و ج) ٤ پاس با پودر

٤) ارزیابی استحکام کششی نمونه ها نشان داد که با اعمال عمليات FSP و كاميوزيت سازي سطحي استحكام نمونهها تا حدود ٢٥٪ افزايش مي يابد. ٥) هرچند عمليات FSP موجب افزايش درصد ازدیادطول نسبی نمونه ها می شود اما با کامیوزیت-سازی و تشکیل رسوبات Al₃Mg₂ تا حدی در صـد ازدياد طول نسبي نمونهها كاهش مي يابد.

تقدير و تشكر

۲) بررسی های سختی نشان داد با اعمال FSP سختی از مدیریت محترم شرکت الکترود یزد و تمامی افزایش مییابد. افـزایش تعـداد پـاسهـای FSP و مهندسین و پرسنل این شرکت که در انجام آزمایشـهای این پژوهش با نویسندگان همکاری داشتهانـد، تشـکر و قدردانی می گردد.

- نتيجه گيري
- ۲) مطالعات ساختاری نشان داد با اعمال یک یاس FSP دانهها از حالت کشیده به فرم هممحور تبدیل مي شو ند.
- ۲) ارزیابی تاثیر تعداد پاس FSP بر دانهبندی مناطق مختلف FSP شدہ نشان داد کے برخلاف نواحی متاثر از حرارت و کار مکانیکی و متـاثر از حـرارت، دانهبندی اغتشاشیافته با افزایش تعداد یاس ظريفتر ميشود.
- استفاده از یودر منیزیوم موجب افزایش قابل ملاحظه سختي تا حـدود ٣٠٠٪ نسبت بـه سـختي فلزيايه مي شود.

مراجع

- 1. Mehta D.S., Masood S.H., Song, W.Q. "Investigation of wear properties of magnesium and aluminum alloys for automotive applications", Journal of Materials Processing Technology, Vol. 155, pp. 1526-1531, (2004).
- 2. Qin Q.D., Zhao Y.G., Zhou W. "Dry sliding wear behavior of Mg 2 Si/Al composites against automobile friction material", Wear, Vol. 264, No. 7, pp. 654-661, (2008).
- 3. Majumdar J.D., Kumar A., Li L., "Direct laser cladding of SiC dispersed AISI 316L stainless steel", Tribology International, Vol. 42, No. 5, pp. 750-753, (2009).
- 4. Hwang J.R., Fung C.P. "Effect of electron beam surface hardening on fatigue crack growth rate in AISI 4340 steel", Surface and Coatings Technology, Vol. 80, No. 3, pp. 271-278, (1996).
- 5. Yuan-Fu L., De-Qiang C., Jian-Min H., Hao W., Xiang-Yang X., Si-Ze Y. "Microstructure and Properties of Cr3Si/y-Fe Composite Coating Prepared by Plasma Transferred Arc Cladding Technique", Chinese Physics Letters, Vol. 26, No, 9, 095202, (2009).
- 6. Dyuti S., Mridha S., Shaha S.K., "Surface modification of mild steel using tungsten inert gas torch surface cladding", American Journal of Applied Sciences, Vol. 7, No. 6, pp. 815, (2010)
- 7. Zhang Q., Xiao B.L., Wang D., Ma, Z.Y. "Formation mechanism of in situ Al 3 Ti in Al matrix during hot pressing and subsequent friction stir processing", Materials Chemistry and Physics, Vol. 130, No. 3, pp. 1109-1117, (2011).
- 8. Mishra R.S., Ma Z.Y., "Friction stir welding and processing", Materials Science and Engineering: R:

Reports, Vol. 50, No. 1, pp. 1-78, (2005).

- Charit I., Mishra R.S., Mahoney M.W., "Multi-sheet structures in 7475 aluminum by friction stir welding in concert with post-weld superplastic forming", *Scripta Materialia*, Vol. 47, No. 9, pp. 631-636, (2002).
- Mishra R.S., Mahoney M.W., "Friction stir processing: a new grain refinement technique to achieve high strain rate superplasticity in commercial alloys", *Materials Science Forum*, Vol. 357, pp. 507-514, (2001, January).
- Anvari S.R., Karimzadeh F., Enayati M.H., "A novel route for development of Al–Cr–O surface nano-composite by friction stir processing", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 562, pp. 48-55, (2013).
- Ke L., Huang C., Xing L., Huang K., "Al–Ni intermetallic composites produced in situ by friction stir processing", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 503, No. 2, pp. 494-499, (2010).
- Lee I.S., Kao P.W., Chang C.P., Ho N.J., "Formation of Al–Mo intermetallic particle-strengthened aluminum alloys by friction stir processing", *Intermetallics*, Vol. 35, pp. 9-14, (2013).
- You G.L., Ho N.J., Kao P.W., "Aluminum based in situ nanocomposite produced from Al–Mg–CuO powder mixture by using friction stir processing", *Materials Letters*, Vol. 100, pp. 219-222, (2013).
- Zhang Q., Xiao B.L., Ma Z.Y., "In situ formation of various intermetallic particles in Al–Ti–X (Cu, Mg) systems during friction stir processing", *Intermetallics*, Vol. 40, pp. 36-44, (2013).

١٦. معطوفي ف، "كليد ألومينيوم و ألياژهاي وابسته"، انتشارات فدك ايساتيس، (١٣٨٥).

۱۷. دهقان م، "بهبود خواص سطحی آلیاژ آلومینیوم ۱۱۰۰ توسط اصلاح ریزساختاری آن به کمک فرایند اصطکاکی اغتشاشی"، دانشگاه یزد، (۱۳۹۲).

- Porter D.A., Easterling K.E., Sherif M., "Phase Transformations in Metals and Alloys", CRC press, (2011).
- Humphreys F.J., "The nucleation of recrystallization at second phase particles in deformed aluminium", *Acta Metallurgica*, Vol. 25, No. 11, pp. 1323-1344, (1977).
- Morishige T., Hirata T., Uesugi T., Takigawa Y., Tsujikawa M., Higashi K., "Effect of Mg content on the minimum grain size of Al–Mg alloys obtained by friction stir processing", *Scripta Materialia*, Vol. 64, No. 4, pp. 355-358, (2011).
- 21. Humphreys F.J., Hatherly M., "Recrystallization and Related Annealing Phenomena", Elsevier, Oxford, (2004).
- 22. Doherty R.D., Hughes D.A., Humphreys F.J., Jonas J.J., Jensen D.J., Kassner M.E., Rollett A.D., "Current issues in recrystallization: a review", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 238, No.

2, pp. 219-274, (1997).

- 23. McQueen H.J., Blum W., "Dynamic recovery: sufficient mechanism in the hot deformation of Al (< 99.99)", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 290, No. 1, pp. 95-107, (2000).
- 24. Soliman M.S., "Effect of Cu concentration on the high-temperature creep behavior of Al-Cu solid solution alloys", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 201, No. 1, pp. 111-117, (1995).
- 25. Martin J.W., Doherty R.D., Cantor B., "Stability of microstructure in metallic systems" Cambridge University Press, (1997).

۲۹. داوسون گ.، ترجمهی علی حائریان اردکانی چاپ اول، "متالورژی پودر"، مرکز نشر دانشگاهی، (۱۳۷۲). ۲۷. فریتس وی. ل.، ترجمهی دکتر پروین عباچی چاپ اول، "متالورژی پودر"، موسسه انتشارات علمی، (۱۳۸۱).

- Zohoor M., Givi M.B., Salami P., "Effect of processing parameters on fabrication of Al–Mg/Cu composites via friction stir processing", *Materials & Design*, Vol. 39, pp. 358-365, (2012).
- Hirata T., Oguri T., Hagino H., Tanaka T., Chung S.W., Takigawa Y., Higashi K., "Influence of friction stir welding parameters on grain size and formability in 5083 aluminum alloy", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 456, No. 1, pp. 344-349, (2012).

۳۰ دیترج. ای.، مترجم: شهره شهیدی، "متالورژی مکانیکی" ، چاپ سوم، ویرایش اول، مرکز نشر دانشگاهی. (۱۳۸۷).

- Zhang Q., Xiao B.L., Wang W.G., Ma Z.Y., "Reactive mechanism and mechanical properties of in situ composites fabricated from an Al–TiO2 system by friction stir processing", *Acta Materialia*, Vol. 60, No. 20, pp. 7090-7103, (2012).
- 32. Rollett A., Humphreys F.J., Rohrer G.S., Hatherly M., "Recrystallization and related annealing phenomena", Elsevier, (2004).