

На правах рукописи



Миронов Сергей Юрьевич

**МЕХАНИЗМЫ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ И ЭВОЛЮЦИЯ
МИКРОСТРУКТУРЫ ПРИ ОБРАБОТКЕ МЕТАЛЛОВ ТРЕНИЕМ С
ПЕРЕМЕШИВАНИЕМ**

Специальность 01.04.07

Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
доктора физико-математических наук

Уфа – 2016

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки
Институте проблем сверхпластичности металлов
Российской академии наук (ИПСМ РАН)

Научный консультант:

Мышляев Михаил Михайлович, доктор физико-математических наук, профессор, заслуженный деятель науки и техники РФ, ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, главный научный сотрудник

Официальные оппоненты:

Перевезенцев Владимир Николаевич, доктор физико-математических наук, профессор, ФГБУН Институт проблем машиностроения РАН, заместитель директора

Тюменцев Александр Николаевич, доктор физико-математических наук, профессор, ФГБУН Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, заведующий лабораторией

Страумал Борис Борисович, доктор физико-математических наук, профессор, ФГБУН Институт физики твердого тела РАН, заведующий лабораторией

Ведущая организация:

ФГАОУ ВПО «Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского», Нижний Новгород

Защита состоится «16» июня 2016 г. в 14 часов на заседании диссертационного совета Д 002.080.03 при Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте проблем сверхпластичности металлов РАН (450001, г. Уфа, ул. Ст. Халтурина, 39).

Отзывы на автореферат в 2-х экземплярах, заверенные печатью, просим высылать по адресу: 450001, Республика Башкортостан, г. Уфа, ул. Ст. Халтурина, 39, ученому секретарю диссертационного совета. Факс: +7 (347) 282-37-59

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на официальном сайте ИПСМ РАН по адресу: <http://www.imsr.ru/>

Автореферат разослан “ _____ ” _____ 2016 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета,
доктор физико-математических наук



Имаев Марсель Фанирович

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность проблемы

Изучение механизмов формирования микроструктур деформационного происхождения является одной из важнейших и интереснейших задач современного физического материаловедения. Особый интерес представляют процессы, протекающие в ходе больших пластических деформаций. При высоких температурах и относительно низких скоростях деформации в материалах может наблюдаться явление сверхпластичности. При относительно низких температурах и умеренных скоростях нагружения в кристаллах протекает процесс фрагментации, который может способствовать радикальному измельчению микроструктуры. Оба этих феномена имеют огромный практический потенциал, а их исследование в течение нескольких последних десятилетий способствовало значительному прогрессу в области физики металлов.

Следует отметить, что диапазон деформационных условий, включающий в себя большие пластические деформации при высоких температурах и больших скоростях деформации, в настоящее время является относительно малоисследованным. Подобная экстремальная комбинация деформационных условий может быть реализована при динамической интенсивной пластической деформации, сварке взрывом или при обработке трением с перемешиванием (ОТП). Среди этих процессов можно выделить ОТП, который, в настоящий момент наиболее широко востребован в промышленности.

Данная технология была разработана как принципиально новый метод получения сварных соединений в металлических материалах. Её принципиальная схема приведена на Рис. 1. Для осуществления процесса сварки в соответствии с данным методом используется специальный сварочный инструмент, вращающийся вокруг своей оси с очень большой угловой скоростью (Рис. 1а). Как правило, этот инструмент состоит из массивной верхней части (так называемые плечики), и относительно небольшой нижней части (так называемый пин). В ходе сварки вращающийся инструмент вводится в стык между двумя свариваемыми деталями (Рис. 1б), а затем перемещается вдоль него (Рис. 1в). Вследствие трения между вращающимся инструментом и свариваемыми заготовками, материал в зоне сварного шва разогревается до температур $\sim 0,5-0,9 T_{пл}$. Пластифицированный материал обеих заготовок механически перемешивается, формируя сварное соединение.

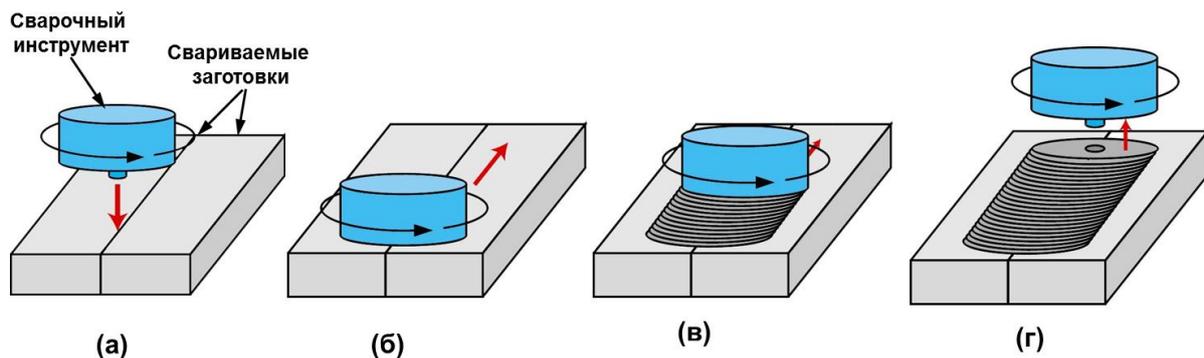


Рисунок 1. Принципиальная схема обработки трением с перемешиванием: (а) вращение сварочного инструмента, (б) его введение в стык между двумя свариваемыми заготовками, (в) перемещение вращающегося инструмента вдоль стыка и (г) извлечение инструмента из сварного шва по окончании процесса обработки.

В ходе сварки материал подвергается очень большой высокоскоростной деформации. Компьютерное моделирование процесса показывает, что величина истинной деформации может достигать ~ 50 , а скорости деформации $\sim 10^0-10^2 \text{ с}^{-1}$. В международной литературе эта разновидность сварки известна как friction stir welding (FSW). Вследствие очень специфического характера процесса, его побочным эффектом является формирование

мелкозернистой микроструктуры в зоне сварного шва. Как следствие, данная технология может быть использована не только для получения сварных соединений, но также и для измельчения микроструктуры. В этой связи она получила более общее название *обработка трением с перемешиванием* (или friction stir processing в мировой литературе).

Характерной особенностью процесса ОТП является возможность осуществления сварки в твердом виде, без перевода металла в расплав. Таким образом, ключевым преимуществом этой технологии является избавление от дефектов литой структуры в зоне сварного шва. В результате, она обеспечивает получение высококачественных сварных соединений даже в материалах, которые ранее считались непригодными для сваривания. Высокие служебные свойства сварных швов, получаемых посредством ОТП, а также относительная простота метода привели к широкому практическому использованию этой технологии в авиакосмической промышленности, автомобиле- и судостроении, при производстве железнодорожных вагонов, а также в некоторых других областях. В свою очередь, бурное развитие ОТП и её активное использование в индустрии обусловили потребность в более глубоком понимании этого процесса. Одним из ключевых направлений в этой области считается изучение особенностей пластического течения и формирования микроструктуры. Предполагается, что это позволит управлять кристаллографической текстурой и микроструктурой обрабатываемого материала и, как следствие, в значительной мере влиять на его служебные свойства.

С другой стороны, фундаментальное исследование процессов пластического течения и эволюции микроструктуры в ходе ОТП дает уникальную возможность протестировать наши современные представления о деформационном поведении материалов в экстремальных условиях нагружения и, таким образом, обогатить физику прочности и пластичности. Иными словами, ОТП можно рассматривать как своеобразный полигон для проверки современных моделей пластического течения и эволюции микроструктуры в ходе больших деформаций.

Несмотря на отдельные успехи, к началу данной диссертационной работы процессы формирования микроструктуры и текстуры в ходе ОТП были очень далеки от полного понимания. Стремясь хотя бы отчасти восполнить этот фундаментальный пробел, в представленной работе была предпринята попытка их систематического анализа. В этой связи **целью** данной диссертационной работы являлось изучение физических закономерностей структурных изменений и пластического течения в экстремальных условиях ОТП. Для достижения этой цели, микроструктурный и текстурный анализ был осуществлен на 20 различных металлических материалах, характеризующихся различным кристаллическим строением (ГЦК, ОЦК и ГПУ решетки), различной энергией дефекта упаковки (от ~ 160 мДж/м² в чистом алюминии до ~ 20 мДж/м² в аустенитной стали и латуни) и фазовым строением (однофазные материалы и сплавы, испытывающие аллотропные фазовые превращения в ходе обработки). Исследования проводились как на поликристаллических, так и на монокристаллических материалах. Для аттестации зеренных структур и кристаллографических текстур применялась передовая методика автоматического анализа картин дифракции обратно-рассеянных электронов (EBSD).

В ходе работы решались следующие **задачи**:

- (1) Выявление основных закономерностей пластического течения в ходе ОТП. Анализ кристаллографических текстур, формирующихся в различных конструкционных материалах;
- (2) Изучение основных закономерностей эволюции микроструктуры в ходе ОТП. Выявление специфических особенностей её формирования в различных классах металлических материалов. Идентификация базовых физических механизмов структурообразования;
- (3) Исследование особенностей фазовых превращений, протекающих в ходе ОТП;

(4) Анализ термической стабильности материалов, полученных посредством ОТП. Выявление фундаментальных механизмов аномального роста зерен в них.

Научная новизна полученных результатов состоит в следующем:

(1) Посредством систематического анализа различных конструкционных материалов показано, что кристаллографическая текстура, образующаяся в результате ОТП, обычно близка к идеальной текстуре простого сдвига. В отдельных случаях, однако, возможно также формирование текстур рекристаллизации. В гранецентрированных кубических (ГЦК) металлах уменьшение энергии дефекта упаковки (ЭДУ) ведет к изменению кристаллографической текстуры от $B/\bar{B}\{112\}\langle 110\rangle$ к $A/\bar{A}\{111\}\langle 110\rangle$. В объемно центрированных кубических (ОЦК) металлах выявлено преимущественное формирование текстуры типа $D_2(11\bar{2})[111]$. В гексагональных плотно упакованных (ГПУ) металлах формируемая текстура является чувствительной к соотношению c/a . В частности, в магниевых сплавах преобладает аксиальная текстура типа $\{0001\}\langle uv\bar{t}w\rangle$, обусловленная базисным скольжением, а в α титане - текстура типа $P_1\{1\bar{1}00\}\langle 11\bar{2}0\rangle$, связанная с призматическим скольжением. При ОТП магниевых сплавов выявлено образование исключительно сильной текстуры, максимальная интенсивность которой может в 50 раз превышать уровень фона.

(2) В результате систематического микроструктурного анализа различных материалов показано, что эволюция зеренной структуры в ходе ОТП представляет собой довольно сложный процесс, который обычно включает в себя геометрический эффект деформации, фрагментацию и рекристаллизацию по прерывистому механизму. В некоторых материалах также возможна дополнительная активация механического двойникования, формирование двойников отжига или конвергенция зерен. Преобладание того или иного механизма зависит как от природы материала, так и от температуры ОТП.

При обработке кубических металлов с высокой ЭДУ доминирующую роль в эволюции микроструктуры играет фрагментация. Показано, что формирование границ деформационного происхождения в ходе этого процесса тесно связано с образованием кристаллографической текстуры, а плоскости их залегания близки как к плоскостям макроскопического сдвига, так и кристаллографическим плоскостям скольжения.

При обработке ГЦК-металлов с относительно низкой ЭДУ основным механизмом структурообразования является прерывистая рекристаллизация. Показано, что рекристаллизационные зародыши преимущественно формируются по механизму образования зернограничных «языков». В ходе этого процесса зародыши наследуют кристаллографическую ориентировку приграничных районов деформированной матрицы.

В материалах с промежуточной величиной ЭДУ возможен переход от фрагментации к прерывистой рекристаллизации при повышении температуры обработки.

В ходе ОТП гексагональных металлов, особенно магниевых сплавов, эволюция зеренной структуры очень тесно связана с формированием кристаллографической текстуры. В частности, образование очень острой текстуры в зоне перемешивания ведет к частичной конвергенции кристаллографических ориентировок соседних зерен.

(3) На примере титанового сплава ВТ6 и феррито-мартенситных сталей показано, что фазовые превращения, протекающие в ходе ОТП, характеризуются наличием небольших, но систематических отклонений от идеальных ориентационных соотношений. Посредством EBSD-реконструкции микроструктур высокотемпературных фаз установлено, что данный эффект связан с формированием развитой деформационной субструктуры. Показано, что низкотемпературная фаза, образующаяся в результате фазового превращения, наследует деформационную текстуру высокотемпературной фазы.

(4) Установлено, что аномальный рост зерен, имеющий место в ходе отжига материалов, подвергнутых ОТП, тесно связан с макроскопической неоднородностью

микроструктуры в зоне обработки. Показано, что аномальный рост зерен может вести к формированию текстуры рекристаллизации.

Достоверность результатов диссертации обеспечена (1) использованием нескольких независимых методов исследования структуры материала, таких как оптическая металлография, растровая и просвечивающая электронная микроскопия и ориентационная микроскопия посредством автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD), (2) многоуровнем анализом микроструктуры, включающим в себя качественную и количественную металлографию, исследование спектра разориентировок и кристаллографической текстуры, а также (3) значительной статистикой анализируемых параметров зеренной структуры (до нескольких десятков тысяч зерен). Анализ экспериментальных результатов выполнен на основе современных представлений и моделей деформационного поведения металлических материалов.

Практическая значимость работы обусловлена возможностью применения результатов исследования для оптимизации процесса ОТП широкого класса металлических материалов и управления формирующейся в них микроструктурой и кристаллографической текстурой. Кроме того, в ходе работы был разработан ряд оригинальных методик, которые могут быть использованы для углубленного анализа процессов формирования кристаллографических текстур и микроструктур в ходе деформации, рекристаллизации, роста зерен и фазовых превращений.

НА ЗАЩИТУ ВЫНОСЯТСЯ:

- (1) Основные закономерности пластического течения и формирования кристаллографической текстуры в ходе ОТП. Зависимость кристаллографической текстуры от природы обрабатываемых материалов, а также температуры процесса.
- (2) Основные закономерности структурообразования в ходе ОТП. Зависимость базисных механизмов эволюции микроструктуры от кристаллического строения и энергии дефекта упаковки материалов, а также температуры ОТП. Корреляция между процессами формирования зеренной структуры и кристаллографической текстуры.
- (3) Механизмы фазового превращения $\beta \rightarrow \alpha$ в титановом сплаве ВТ6, а также мартенситного превращения в сталях в ходе ОТП. Особенности ориентационных соотношений между высоко- и низкотемпературными фазами в этих материалах. Результаты EBSD-реконструкции зеренной структуры и кристаллографической текстуры высокотемпературных фаз.
- (4) Закономерности и фундаментальные механизмы аномального роста зерен в материалах, подвергнутых ОТП. Зависимость аномального роста зерен от макроскопической неоднородности структуры, формирующейся в ходе обработки. Кристаллографическая текстура, образующаяся в ходе аномального роста зерен.

Личный вклад соискателя состоял в выборе направления исследования, постановке задач и разработке плана работ, обработке и анализе полученных данных и последующем оформлении их в виде научных публикаций. Все этапы экспериментальных исследований выполнены лично соискателем, либо при его активном участии.

Диссертационная работа выполнялась в соответствии с «Основными заданиями» ИПСМ РАН по темам НИР: «Разработка метода получения твердофазного соединения в титановых сплавах сваркой трением» (2007-2009 г., № 01200703955); «Разработка деформационных методов получения объемных ультрамелкозернистых и наноструктурных материалов с высокими механическими характеристиками» (2009-2011 г., № 01200951802); «Исследование структуры и механического поведения ультрамелкозернистых титановых сплавов и сталей, полученных методами деформационно-термической обработки» (2013 г., № 01201358638); «Научные основы

получения полуфабрикатов с ультрамелкозернистой структурой из сплавов на основе титана и железа методами обработки давлением» (2014-2016 гг., №01201455189).

Апробация результатов работы

Результаты диссертационной работы были представлены на следующих конференциях: 56th Japan Joint Conference for Technology of Plasticity (Япония, Наха, 2006), Ibaraki District Conference (Япония, Хитачи, 2006), International Symposium on synergistic effects of materials and processing (Япония, Кумамото, 2006), National meeting of Japan Welding Society (Япония, Нагано, 2007; Киото, 2007; Осака, 2008; Кита-Кусю, 2008; Фукусима, 2009; Токушима, 2009; Осака, 2010; Фукусима, 2010; Токио, 2011; Мие, 2011; Осака, 2011; Нара, 2012; Токио, 2012; Окаяма, 2012), International Symposium on Friction Stir Welding (Япония, остров Аяши, 2008; Китай, Пекин, 2014), Международной конференции «Ультрамелкозернистые и нанокристаллические материалы» (Россия, Уфа, 2008, 2010, 2012), Международной конференции «Bulk nanocrystalline materials-2011» (Россия, Уфа, 2011).

Публикации. Основное содержание диссертации отражено в 94 публикациях, из них 53 статьи в зарубежных изданиях и изданиях, включенных в перечень ВАК, и 41 работа в материалах всероссийских, иностранных и международных конференций и симпозиумов. Список основных публикаций приведен в конце автореферата.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, четырнадцати глав, выводов и списка литературы. Работа изложена на 252 страницах, содержит 106 рисунков и 28 таблиц. Библиография включает 220 наименований.

Автор благодарен администрации университета Тохоку (Япония) за предоставленную возможность проведения ряда важных экспериментальных исследований. Он также считает своим долгом выразить искреннюю признательность профессорам Y.S. Sato, H. Kokawa, Y. Motohashi, и М.М. Мышляеву за помощь в планировании диссертационной работы, обсуждении полученных результатов и научные консультации, Dr. Y. Zhang, Dr. H. Somekawa, Dr. R. Ohashi, Dr. M. Fujimoto, Dr. U.F.H.R. Suhuddin, Dr. J.Jeon, Dr. K. Masaki, A. Honda, T. Sakuma, Y. Nagahama, K. Inagaki, T. Onuma – за помощь в проведении экспериментов. Он также благодарен к.ф.-м.н. Т.Н. Коньковой за помощь в оформлении рукописи диссертации и автореферата. Автор также бесконечно признателен своей семье за терпение и поддержку.

КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во **введении** обоснована актуальность выбранной темы диссертации, сформулированы цель и задачи работы, научная новизна и практическая значимость, обоснована достоверность полученных результатов и приведены основные положения, выносимые на защиту.

ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

В данной главе на основе анализа литературных данных обоснована мотивация диссертационной работы.

Кратко описана принципиальная схема ОТП. Подчеркнуто, что обрабатываемый материал подвергается большим деформациям при большой скорости и высокой температуре. В результате, побочным эффектом ОТП является существенное измельчение микроструктуры.

Рассмотрены ключевые преимущества данного вида сварки: возможность избавления от дефектов литой структуры, полная автоматизация процесса, хорошая воспроизводимость результатов, высокая производительность труда, энергоемкость,

невысокая требовательность к квалификации оператора, экологичность, пожаробезопасность и ряд других. Подчеркнут высокий уровень служебных свойств сварных соединений, полученных подобным образом. Отмечено, что данный эффект обусловлен отсутствием дефектов литой структуры и формированием однородной мелкозернистой микроструктуры в зоне сварного шва. Отмечен большой промышленный потенциал ОТП и приведено несколько примеров практического использования этой технологии.

Обоснована потребность в более глубоком понимании процесса ОТП. Отмечена особая важность микроструктурных и текстурных исследований как с точки зрения оптимизации технологического процесса, так и с точки зрения фундаментальной науки. Рассмотрена динамика научного интереса к ОТП процессу.

Приведен аналитический обзор представлений о механизмах пластического течения и формирования микроструктуры в ходе ОТП, сложившихся в мире к началу данной диссертационной работы (2004 г.). Подробно рассмотрены эксперименты по измерению температуры внутри зоны обработки. Выделены основные параметры ОТП процесса – скорость вращения инструмента и скорость его горизонтального перемещения. Кратко проанализированы основные результаты изучения пластического течения различными методами: сварки разнородных материалов, методом трассеров, компьютерного моделирования процесса, а также текстурные исследования. Отмечен турбулентный, пространственно неоднородный и многостадийный характер течения материала. Выделены основные микроструктурные зоны, формирующиеся в ходе ОТП: зона термического влияния, зона термомеханического воздействия и зона перемешивания. Кратко обсуждена их связь с полем температур и деформаций при ОТП.

Рассмотрено растворение частиц вторичных фаз в ходе ОТП термоупрочняемых алюминиевых сплавов и сопутствующее разупрочнение материала. Отмечен аномальный характер роста зерен в ходе последующей термообработки этих материалов.

Кратко охарактеризованы типичные микроструктуры, формирующиеся в ходе ОТП. Выделены явные микроструктурные признаки рекристаллизации: равноосная морфология зерен, низкая плотность дислокаций, высокая доля большеугловых границ, близкий к произвольному спектр разориентировок. В то же самое время отмечено отсутствие ясных представлений о конкретных механизмах рекристаллизации в условиях ОТП.

На основе анализа литературных данных подчеркнута ограниченность современных представлений о пластическом течении и структурообразовании при ОТП. Выделены основные проблемы в этой области: отсутствие прямых исследований эволюции микроструктуры и фазовых превращений, недостаточное внимание, уделяемое кристаллографическим аспектам этих процессов, очень ограниченный диапазон исследованных материалов, несовершенство методов, использованных для микроструктурного анализа, отсутствие фундаментальных исследований аномального роста зерен. Исходя из этого сформулированы цель и задачи диссертационной работы.

ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В данной главе обоснован выбор материалов для исследований и приведен их химический состав. Представлены характеристики сварочной машины, применявшейся для ОТП, и кратко описаны принципиальные особенности обработки материалов с высокой и низкой температурами плавления. Номенклатура материалов и основные параметры ОТП, использованные в диссертационной работе, приведены в Таблице 1. Поскольку в подавляющем большинстве случаев выбранные сплавы были зарубежного производства (и некоторые из них не имели отечественных аналогов), то для их обозначения была использована международная маркировка.

Введена система координат, использованная для характеристики процесса ОТП: направление обработки (НО), поперечное направление (ПН) и направление нормали (НН)

Таблица 1. Номенклатура использованных материалов и режимы обработки

Сплав	Скорость вращения инструмента, об/мин	Скорость обработки, мм/мин	Сплав	Скорость вращения инструмента, об/мин	Скорость обработки, мм/мин
<i>Алюминиевые сплавы</i>			Чистая медь	200, 300, 400, 500, 600, 800, 1000	120
AA1050	200, 500, 1000, 2000, 3000	600	Cu-30Zn	200, 300, 400, 500, 600	120
AA5052	1000, 2000, 3000	600	<i>Сплавы на основе железа</i>		
AA6016	2000, 2500, 3000	1000, 2000, 3000	Чистое железо	200	60
1570	500	75	SUS 304	200, 300, 400, 600	60
1575C	500	150	SUS 316	600	50
<i>Магниеые сплавы</i>			S 31254	400	30
AZ31	300, 400, 500, 1000, 1500, 2000, 2500, 3000	600; 1000	DP 590	3000	-
ZK60	600, 800, 1000, 1200, 1400, 2000	100, 200, 400	DP 980	3000	-
<i>Титановые сплавы</i>			12Cr	200, 400, 800	200
Grade 2	200	60	<i>Циркониевые сплавы</i>		
Ti-6Al-4V	100, 150, 200, 500	60;100	Zircaloy-4	150	100
TIMETAL 15.3	400	60	<i>Никелевые сплавы</i>		
<i>Медные сплавы</i>			Inconel 625	200, 400, 600	60

Кратко описаны методики подготовки микроструктурных образцов и автоматического анализа обратно рассеянных электронов (EBSD), использовавшиеся для микроструктурного и текстурного анализа.

ГЛАВА 3. ОСОБЕННОСТИ ПЛАСТИЧЕСКОГО ТЕЧЕНИЯ ПРИ ОТП

Для изучения особенностей пластического течения в ходе ОТП был использован так называемый «stop action» метод. Его суть заключалась в аварийной остановке процесса ОТП и немедленной закалке области обработки. Последующий анализ материала, находившегося в непосредственном контакте со сварочным инструментом в ходе ОТП, позволяет получить более адекватное представление об особенностях формирования кристаллографической текстуры и микроструктуры.

В качестве материала исследования использовался магниевый сплав. Считается, что дислокационное скольжение в этом материале в основном осуществляется по базисной плоскости, и, таким образом, формирующиеся текстуры должны быть относительно простыми для интерпретации. Тектурный анализ проводился посредством EBSD. При помощи этой методики были отсняты обширные EBSD карты, покрывающие собой значительную часть зоны обработки. Пример такой карты, иллюстрирующей микроструктуру и текстуру в продольном сечении деформационной зоны позади сварочного инструмента, приведен на Рис. 2.

Систематический анализ текстуры, сформировавшейся в различных областях зоны обработки, показал, что пластическое течение в ходе ОТП является очень неоднородным. В частности, в верхней части деформационной зоны данный процесс управляется плечиками сварочного инструмента. В результате базисные плоскости $\{0001\}$ ориентируются примерно параллельно поверхности плечиков (Рис. 2). В нижней части зоны обработки пластическое течение осуществляется посредством вращения пина. Как следствие, базисные плоскости стремятся выровняться с его поверхностью (Рис. 2). Тектурный анализ показал, что пластическое течение очень чувствительно даже к относительно небольшим изменениям геометрии инструмента, в частности к наличию резьбы на пине.

Формирование микроструктуры и кристаллографической текстуры в верхней части зоны обработки носит очень специфический характер, что ведет к образованию поверхностного слоя мелкозернистой микроструктуры. Наличие этого слоя может привести к аномальному росту зерен при последующем отжиге обработанных материалов.

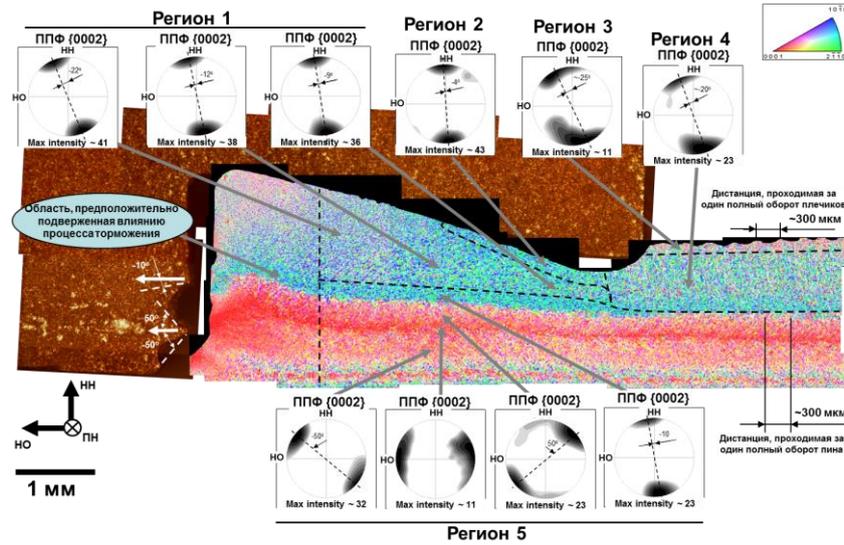


Рисунок 2. Панорамная EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру и текстуру, сформировавшиеся в продольном сечении деформационной зоны позади сварочного инструмента (последний показан в левой части рисунка) магниевого сплава AZ31. Зерна на EBSD карте окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления обработки. Прямые полюсные фигуры (ППФ) {0002} иллюстрируют микротекстуру в характерных областях зоны обработки.

ГЛАВА 4. ТИПИЧНЫЕ ТЕКСТУРЫ, ФОРМИРУЮЩИЕСЯ ПРИ ОТП

Во вступительной части главы кратко суммированы современные представления о характере пластического течения в ходе ОТП. Показано, что макроскопическая схема деформации является близкой к простому сдвигу. Приведены идеальные текстуры простого сдвига, формирование которых следует ожидать в материалах с ГЦК, ОЦК и ГПУ решетками.

В основной части главы представлены результаты изучения кристаллографических текстур, образующихся в различных металлических материалах в ходе ОТП. Для текстурных исследований во всех случаях использовался метод EBSD. Типичная текстура, формирующаяся при обработке алюминия, приведена на Рис. 3.

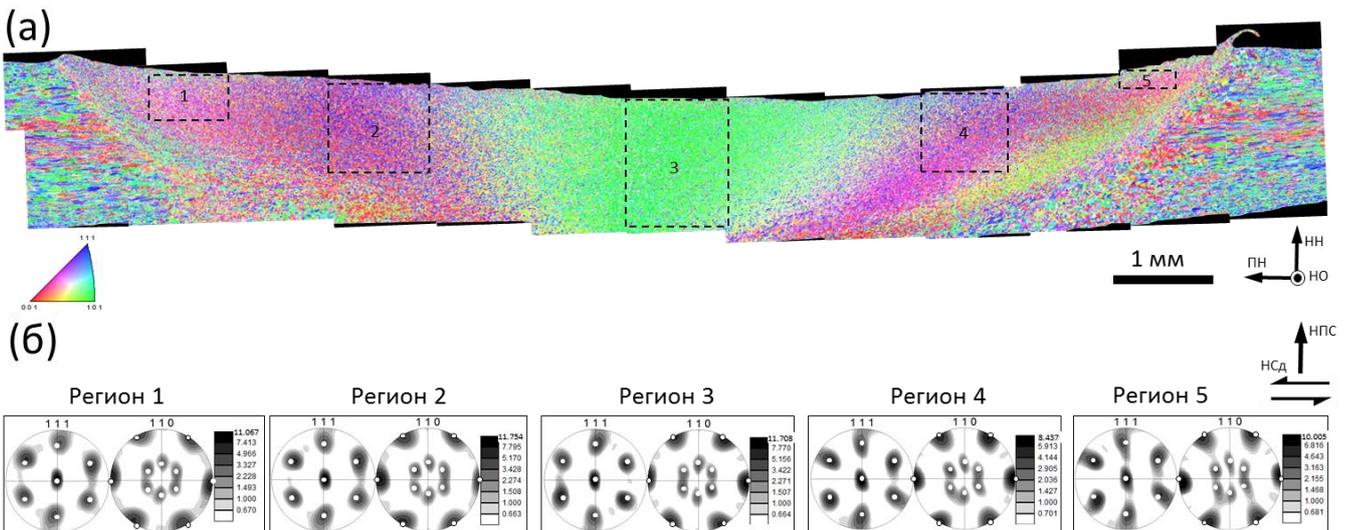


Рисунок 3. Панорамная EBSD карта, полученная с поперечного сечения зоны обработки технически чистого алюминия (а), и ПФФ {111} и {110}, иллюстрирующие текстуру в пяти различных областях (б). НПС и НСд обозначают нормаль к плоскости сдвига и направления сдвига, соответственно. Белые кружки на ПФФ соответствуют ориентировке {112}<110> идеальной текстуры простого сдвига. Примечание: все приведенные ПФФ выровнены с предполагаемым направлением и плоскостью сдвига.

Как установлено в результате диссертационной работы, в большинстве случаев формируемая текстура действительно близка к идеальной текстуре простого сдвига. В ГЦК металлах с относительно высокой ЭДУ преобладает текстура типа $B/\bar{B}\{112\}\langle 110\rangle$. Уменьшение ЭДУ ведет к образованию текстуры типа $A/\bar{A}\{111\}\langle 110\rangle$. Данный эффект скорее всего связан с затруднением поперечного скольжения. В ОЦК металлах выявлено преимущественное формирование текстуры типа $D_2(11\bar{2})[111]$, свидетельствующей о преобладании дислокационного скольжения по плоскости $\{112\}$. В ГПУ металлах формируемая текстура чувствительна к соотношению c/a . В частности, для магниевых сплавов характерно образование аксиальной текстуры типа $\{0001\}\langle uvw\rangle$, связанной с базисным скольжением, а для α титана - текстуры типа $P_1\{1\bar{1}00\}\langle 11\bar{2}0\rangle$, обусловленной призматическим скольжением. В цирконии текстура представляла собой суперпозицию аксиальных текстур простого сдвига типа $\{0001\}\langle uvw\rangle$ и $\{hkil\}\langle 11\bar{2}0\rangle$, что свидетельствовало об активизации как базисного, так и призматического семейств скольжения одновременно.

Также показано, что при ОТП возможно формирование рекристаллизационной текстуры. В частности в зоне обработки алюминиевого сплава АА6016 была выявлена текстура куба $\{001\}\langle 100\rangle$.

Отмечено, что в ходе ОТП магниевых сплавов может иметь место образование исключительно сильной текстуры, максимальная интенсивность которой в 50 раз превышает уровень фона.

ГЛАВА 5. ФРАГМЕНТАЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ ПРИ ОТП КУБИЧЕСКИХ МЕТАЛЛОВ С ВЫСОКОЙ ЭДУ

В данной главе проанализирована эволюция микроструктуры в ходе обработки кубических металлов с относительно высокой ЭДУ на примере чистого железа. Микроструктурные изменения изучались посредством EBSD, как показано на Рис. 4.

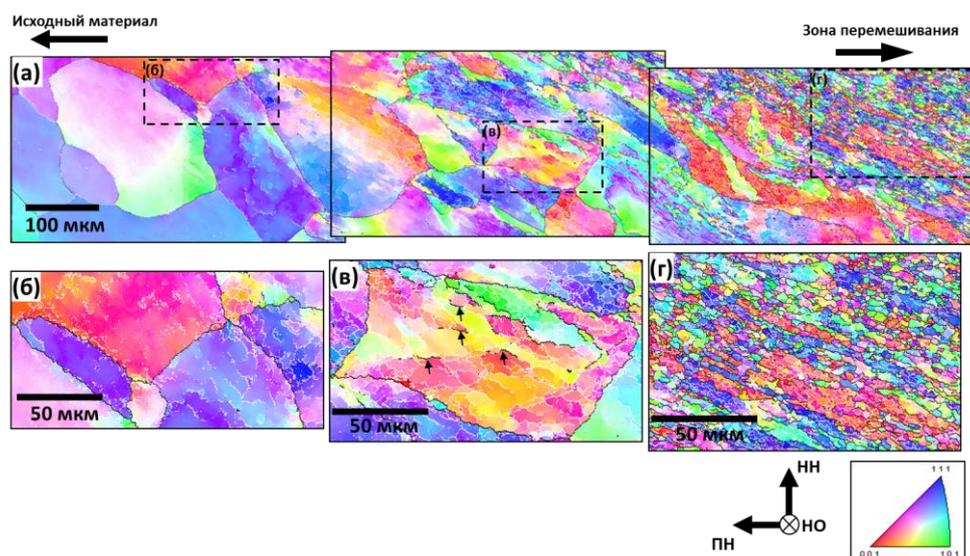


Рисунок 4. Панорамная EBSD карта, иллюстрирующая эволюцию микроструктуры при ОТП чистого железа (а), с выделенными областями, показанными при большем увеличении на рис. (б) - (г). Варьирование цвета на карте соответствует изменению кристаллографической ориентировки зерен относительно направления обработки. Малоугловые границы (МУГ) и большеугловые границы (БУГ) обозначены светлыми и темными линиями, соответственно. На рис. (в) стрелками отмечены примеры превращения МУГ в БУГ.

На мезоскопическом уровне структуры её эволюция определялась интенсивным формированием границ деформационного происхождения (Рис. 4б), постепенным

накоплением разориентировки на них (Рис. 4в) и соответствующей фрагментацией зерен (Рис. 4г). Плоскости залегания границ деформационного происхождения были близки как к плоскости макроскопического сдвига (Рис. 5а), так и к кристаллографическим плоскостям скольжения (Рис. 5б). Анализ спектра разориентировок показал, что образование и дальнейшая эволюция границ деформационного происхождения были связаны с формированием кристаллографической текстуры. Таким образом, на основе совокупности экспериментальных данных, фрагментация была признана базовым механизмом формирования микроструктуры.

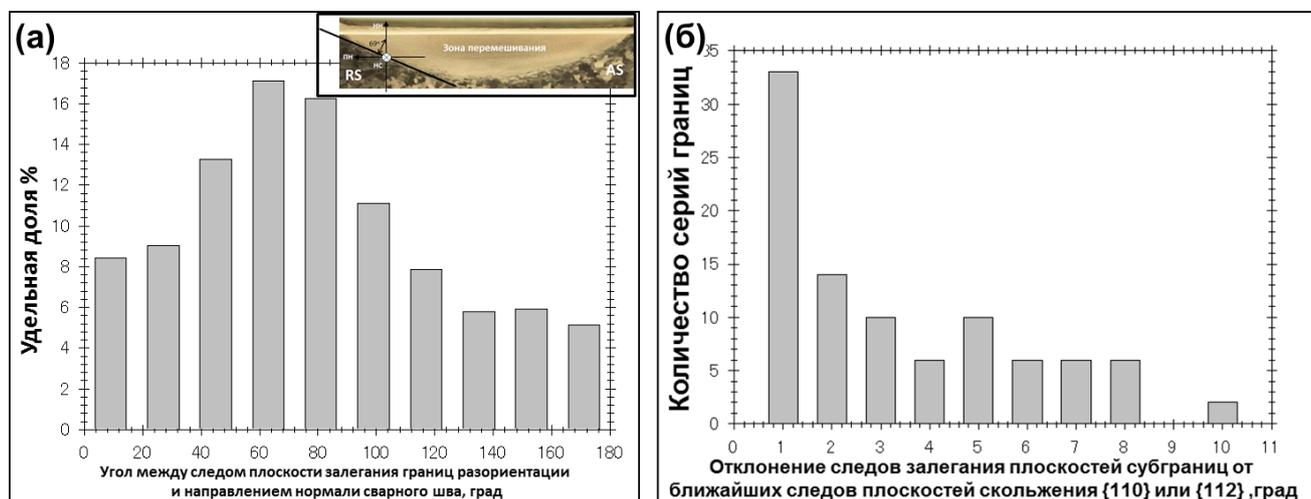


Рисунок 5. Выравнивание границ деформационного происхождения в железе с поверхностью макроскопического сдвига (а) и кристаллографическими плоскостями {110} и {112} (б). Вставка в правом верхнем углу рис. (а) иллюстрирует ориентацию поверхности макроскопического сдвига.

Явление фрагментации кристаллов являлось предметом интенсивных исследований на протяжении последних ~40 лет. На сегодняшний момент считается общепринятым, что формирование границ деформационного происхождения, порождающее фрагментацию, обусловлено несовместностью деформаций соседних зерен (или различных областей одного и того же зерна) и в общем виде может быть описано как:

$$\frac{\partial \theta}{\partial \tau} = \Delta \Gamma \dot{\epsilon} \quad (1)$$

где $\frac{\partial \theta}{\partial \tau}$ - изменение угла разориентировки на границе, $\Delta \Gamma$ - параметр, характеризующий несовместность деформации двух сопрягающихся областей, а $\dot{\epsilon}$ - скорость деформации.

Полагается, что эта несовместность, обычно обусловлена действием различного набора систем скольжения по разные стороны от границы фрагмента. Скольжение по этим системам разворачивает сопрягающиеся фрагменты к различным стабильным кристаллографическим ориентировкам, обеспечивая, таким образом, как рост разориентировки на границе деформационного происхождения, так и формирование текстуры деформации.

Для широкого класса материалов и деформационных условий фрагментация рассматривается как закономерная стадия эволюции микроструктуры на этапе достаточно больших пластических деформаций. Таким образом, учитывая очень большие деформации, которым подвергается материал в ходе ОТП, выявленная фрагментация микроструктуры представляется вполне ожидаемой.

ГЛАВА 6. ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ОБРАБОТКИ НА ФОРМИРОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ В ГЦК МЕТАЛЛАХ С ВЫСОКОЙ ЭДУ

В данной главе рассмотрено влияние температуры ОТП на эволюцию микроструктуры в ГЦК металлах с высокой ЭДУ на примере технически чистого алюминия.

Во всем исследованном диапазоне температур $0,44-0,80T_{пл}$ эволюция микроструктуры определялась интенсивным формированием границ деформационного происхождения и их последующим превращением в БУГ, то есть, фрагментацией. При температуре $\sim 0,8T_{пл}$ также отмечена активизация прерывистой рекристаллизации, однако вклад этого механизма был относительно мал.

Рост подвижности границ разориентации с температурой способствовал изменению морфологии формирующейся микроструктуры от пластинчатой к равноосной. Это существенно изменило условия совместности деформации сопрягающихся фрагментов и, таким образом, привело к изменению текстуры от $C\{001\} \langle 110 \rangle$ к $B/\bar{B}\{112\} \langle 110 \rangle$.

Отмечено замедление фрагментации с ростом температуры обработки. Данный эффект увязан с уменьшением плотности дислокаций вследствие активизации процессов возврата.

ГЛАВА 7. ПРЕРЫВИСТАЯ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ ПРИ ОТП ГЦК-МЕТАЛЛОВ С НИЗКОЙ ЭДУ

В данной главе проанализирована эволюция микроструктуры в ходе обработки ГЦК-металлов с относительно низкой ЭДУ на примере аустенитной стали. Показано, что формирование зеренной структуры представляло собой довольно сложный и многостадийный процесс (Рис. 6).

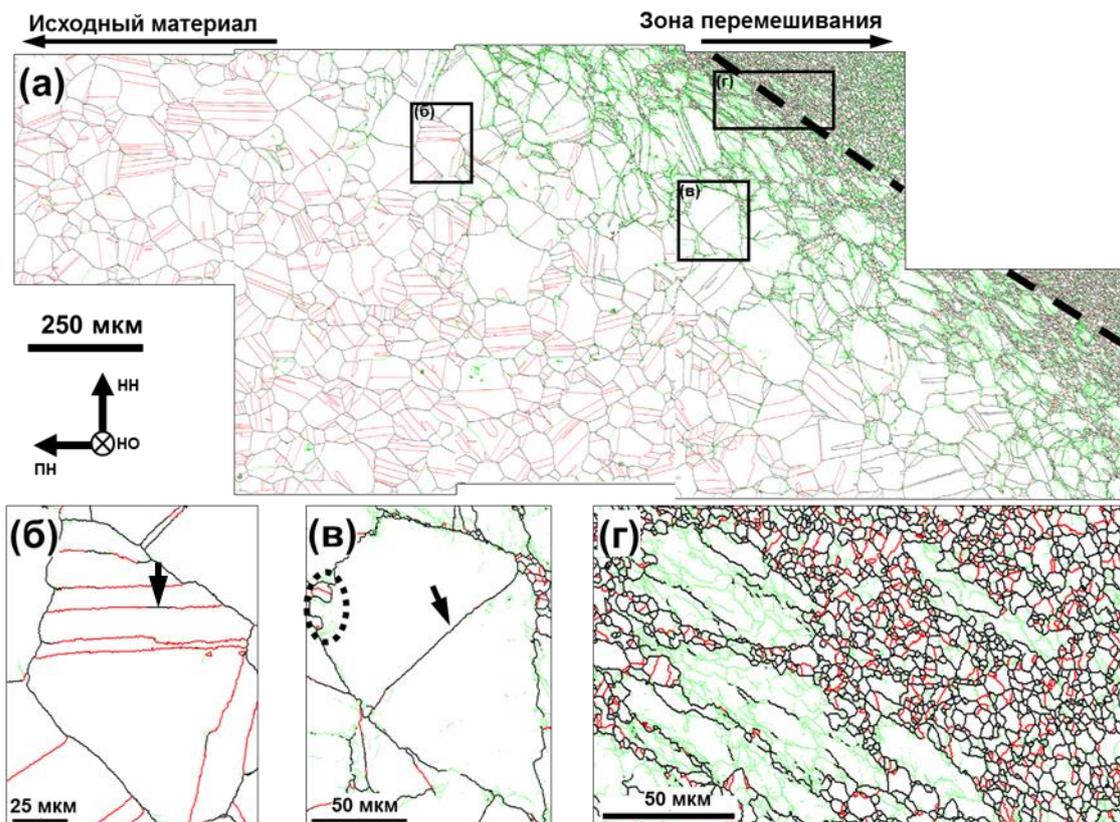


Рисунок 6. Панорамная EBSD-карта, иллюстрирующая эволюцию микроструктуры при ОТП супераустенитной стали (а); выделенные области карты приведены при большем увеличении на рис. (б) - (г). МУГ, БУГ и двойниковые границы $\Sigma 3$ обозначены зелеными, черными и красными линиями соответственно. Стрелки на рис. (б) и (в) показывают примеры трансформированных границ двойников; на рис. (в) кружком выделен пример зернограничного «языка»

При относительно небольших деформациях зафиксировано отклонение разориентировок на границах исходных двойников отжига от идеального ориентационного соотношения $\Sigma 3$ (Рис. 6б) и последующая трансформация двойниковых границ в произвольные БУГ (Рис. 6в). Причину этого явления легко объяснить при его рассмотрении на мезоскопическом структурном уровне. Разориентировка на границе двух кристаллов однозначно (с точностью до эквивалентности!) определяется их кристаллографическими ориентировками:

$$R_{i,j} = M_{\min} A_j A_i^{-1} \quad (2)$$

где $R_{i,j}$ - матрица разориентировки, M_{\min} - матричный оператор, минимизирующий разориентировку среди всех кристаллографически эквивалентных значений, а A_i и A_j - ориентационные матрицы кристаллов i и j . В результате деформационного разворота кристаллографические ориентировки обоих кристаллов изменяются, причем различным образом - вследствие действия разных наборов систем скольжения в сопрягающихся кристаллах. Как следствие, разориентировка на разделяющей их границе должна неизбежно меняться.

Увеличение деформации и температуры сопровождалось появлением «языков» вдоль границ исходных зерен (выделено кружком на Рис. 6в). Дальнейшее развитие этого процесса привело к формированию специфической «структуры ожерелья», состоящей из крупных деформированных зерен, окруженных цепочкой мелких рекристаллизованных зерен, которые содержали двойники отжига (Рис. 6г). Совокупность этих морфологических признаков указывала на протекание в материале рекристаллизации по прерывистому механизму. Наряду с ней, однако, внутри крупных деформированных зерен было также обнаружено формирование серий протяженных границ деформационного происхождения, свидетельствующих о развитии фрагментации (Рис. 6г). Таким образом, формирование конечной микроструктуры в зоне перемешивания являлось результатом одновременного развития двух конкурирующих процессов – фрагментации и прерывистой рекристаллизации. При помощи специально разработанной методики, основанной на анализе удельной поверхности границ разориентации, оценены парциальные вклады этих двух механизмов.

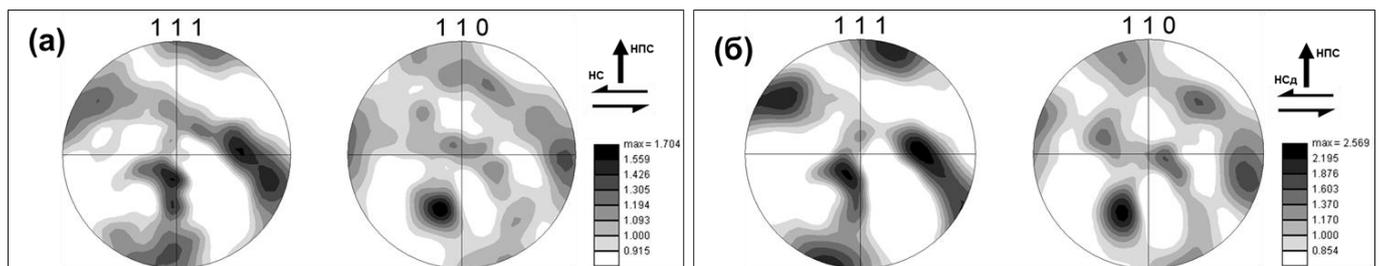


Рисунок 7. ППФ {111} и {110}, иллюстрирующие типичную текстуру в рекристаллизованной (а) и деформированной (б) составляющих микроструктуры зоны перемешивания супераустенитной стали. НПС и НСд соответствуют нормали к плоскости сдвига и направлению сдвига.

Рекристаллизационный процесс в зоне перемешивания не был завершён, и конечная микроструктура, таким образом, представляла собой суперпозицию рекристаллизованной и деформированной составляющих. Для анализа подобной микроструктуры была разработана специальная методика, позволяющая автоматически разделить деформированную и рекристаллизованную компоненты посредством EBSD; предложенный подход основан на измерении постоянства ориентации кристаллической решетки внутри зерен. Использование данной методики показало, что рекристаллизованные и деформированные зерна характеризовались схожей кристаллографической текстурой простого сдвига (Рис. 7). Исходя из этого сделан вывод о наследовании рекристаллизационными зародышами кристаллографической ориентировки деформированной матрицы.

Образование зернограничных языков представляет собой один из «классических» механизмов прерывистой рекристаллизации. В соответствии с ним, критический размер стабильного рекристаллизационного зародыша R_{cr} можно оценить как:

$$R_{cr} \geq \frac{2\gamma_b}{\Delta E} \quad (3)$$

где γ_b - зернограничная энергия, а ΔE - разница упругой энергии решеточных дислокаций по обе стороны от мигрирующей границы. Протекание рекристаллизации по прерывистому механизму определяется подвижностью границ зерен и уровнем запасенной энергии дислокаций. Как известно, кристаллы с низкой ЭДУ характеризуются низкой подвижностью дислокаций, и, таким образом, самоорганизация последних в границы деформационного происхождения затруднена. Как следствие, подобные материалы характеризуются повышенной плотностью дислокаций, то есть, являются склонными к рекристаллизации. Поскольку ОТП обычно осуществляется при относительно высоких температурах, когда подвижность границ зерен велика, развитие прерывистой рекристаллизации в сплавах с низкой ЭДУ представляется вполне закономерным.

ГЛАВА 8. ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ОБРАБОТКИ НА ФОРМИРОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ В ГЦК МЕТАЛЛАХ С НИЗКОЙ ЭДУ

В данной главе рассмотрено влияние температуры ОТП на эволюцию микроструктуры в ГЦК металлах с низкой ЭДУ на примере латуни Cu-30Zn.

Во всем исследованном диапазоне температур $0,46-0,80 T_{пл}$ основным механизмом, определявшим эволюцию микроструктуры, являлась прерывистая рекристаллизация. Развитие этого процесса способствовало формированию микроструктур, характеризовавшихся высоким содержанием двойников отжига и низкой долей МУГ. Во всех случаях рекристаллизация протекала посредством формирования зернограничных языков и их последующей трансформации в рекристаллизационные зародыши. При температуре обработки $0,46T_{пл}$ дополнительно отмечена активизация механического двойникования и фрагментации, однако вклад этих механизмов в структурообразование был относительно мал.

ГЛАВА 9. ПЕРЕХОД ОТ ФРАГМЕНТАЦИИ К ПРЕРЫВИСТОЙ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ ПРИ ОТП ГЦК МЕТАЛЛОВ С ПРОМЕЖУТОЧНОЙ ВЕЛИЧИНОЙ ЭДУ

В данной главе рассмотрено влияние температуры обработки на эволюцию микроструктуры в ГЦК металлах с промежуточной величиной ЭДУ на примере технической чистой меди. Установлено, что в данном классе материалов микроструктура, текстура и прочность обработанных материалов принципиально зависят от температуры ОТП.

При температурах ниже $0,5T_{пл}$, эволюция микроструктуры в основном определяется развитием *фрагментации*. Это ведет к образованию мелкозернистой микроструктуры и сопутствующему существенному упрочнению материала. Сформировавшаяся текстура характеризуется преобладанием компонент простого сдвига типа $A/\bar{A}\{111\}\langle 110 \rangle$.

При температурах выше $0,5T_{пл}$, эволюция микроструктуры представляет собой довольно сложный, многостадийный процесс, в котором основную роль играет *прерывистая рекристаллизация*. Это способствует образованию относительно крупнозернистой микроструктуры, формированию аксиальной текстуры типа $\{111\}\langle uvw \rangle$ и значительному разупрочнению материала. Использование «stop action» эксперимента показало, что формирование конечной микроструктура в зоне обработки определяется

развитием *метадинамической рекристаллизации* в ходе охлаждения обработанного материала до комнатной температуры.

ГЛАВА 10. СПЕЦИФИЧЕСКИЙ ХАРАКТЕР ЭВОЛЮЦИИ МИКРОСТРУКТУРЫ ПРИ ОТП ГЕКСАГОНАЛЬНЫХ МЕТАЛЛОВ

В силу склонности металлов с гексагональной решеткой к механическому двойникованию, а также вследствие относительно небольшого числа систем скольжения, эволюция их микроструктуры в ходе ОТП характеризовалась наличием ряда специфических черт. В этой связи рассмотрение этого процесса в данной диссертационной работе выделено в отдельную главу, в которой он был исследован на примере магниевого сплава AZ31 (Таблица 1).

Формирование зеренной структуры в ходе ОТП гексагональных металлов представляет собой довольно сложный процесс, включающий в себя несколько стадий. На периферии деформационной зоны имеет место интенсивное механическое двойникование по плоскости $\{10\bar{1}2\}$. С ростом величины деформации и температуры исходные зерна и механические двойники переориентируются примерно параллельно поверхности сдвига вследствие геометрического эффекта деформации, а вдоль их границ появляются зародыши рекристаллизации. В области максимальной деформации отмечено формирование очень специфической микроструктуры, иллюстрированной на Рис. 8а. Её характерной особенностью является тесная корреляция между экспериментальным спектром разориентировок и спектром, вычисленным на основе текстурны (Рис. 8б).

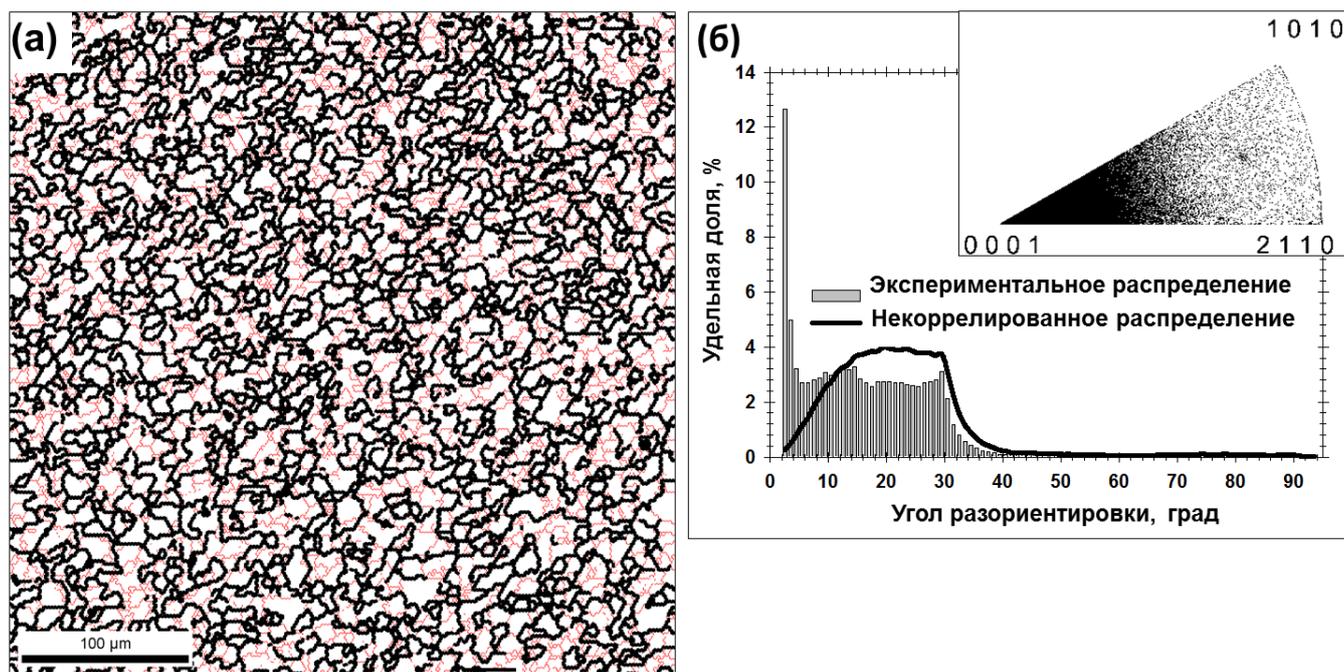


Рисунок 8. EBSD карта, иллюстрирующая типичную микроструктуру в зоне перемешивания магниевого сплава AZ31 (а) и соответствующий спектр разориентировок (распределение границ по осям разориентировки приведено в правом верхнем углу рисунка) (б). На рис. (а) МУГ и БУГ обозначены красными и черными линиями, соответственно. На рис. (б) дополнительно показано распределение границ по углам разориентировки, вычисленное на основе текстурных данных (некоррелированное распределение).

Как отмечено в Главе 4, в ходе ОТП магниевых сплавов имеет место формирование очень острой кристаллографической текстуры простого сдвига типа $\{0001\} \langle uv\bar{t}w \rangle$. В соответствии с геометрией решетки ГПУ, формирование подобной текстуры означает, что зерна в поликристалле должны быть произвольно развернуты вокруг

кристаллографической оси $\langle 0001 \rangle$. Вследствие ограничений, налагаемых симметрией решетки, максимально возможный разворот относительно этой оси составляет 30° . Таким образом, образование широкого максимума в угловом диапазоне $\sim 5-30^\circ$ и последующего провала в интервале $30-93,8^\circ$, а также плотного кластера осей разориентации возле полюса $\langle 0001 \rangle$ в спектре разориентировок (Рис. 8б) обусловлено формированием аксиальной текстуры типа $\{0001\} \langle uv\bar{t}w \rangle$.

Образование острой текстуры означает существенное сближение кристаллографических ориентировок зерен. Как следствие, это может привести к конвергенции кристаллографических ориентировок соседних зерен и, тем самым, способствовать уменьшению доли БУГ и увеличению размера зерен.

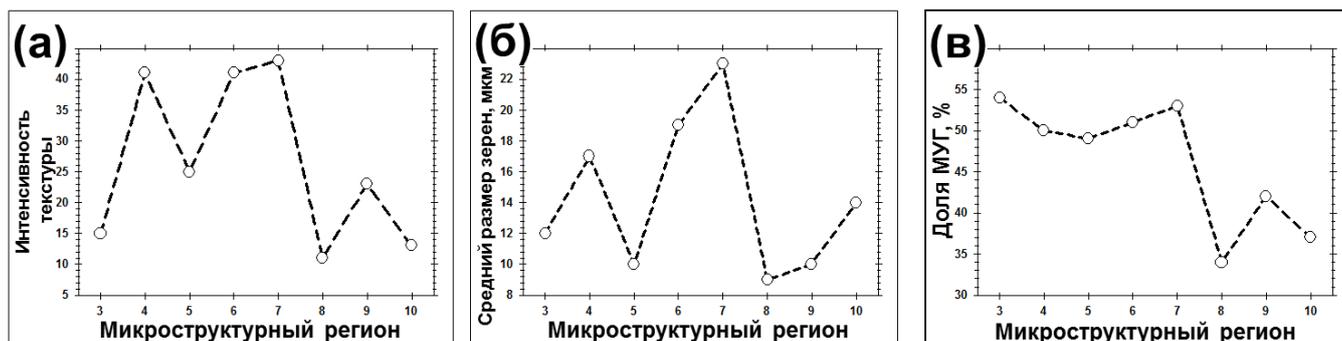


Рисунок 9. Взаимосвязь между кристаллографической текстурой, спектром разориентировок и микроструктурой в зоне перемешивания магниевого сплава AZ31: варьирование интенсивности текстуры (а), средней длины секущей БУГ (б) и доли МУГ (в) в различных микроструктурных областях.

Для проверки этой гипотезы на Рис. 9 сопоставлено изменение интенсивности текстуры, среднего размера зерен и доли МУГ в различных микроструктурных областях зоны перемешивания. Как следует из сопоставления данных, имеет место корреляция между этими микроструктурными параметрами. Так, усиление текстуры обычно ведет к увеличению среднего расстояния между БУГ и росту фракции МУГ. И наоборот – ослабление текстуры способствует уменьшению размера зерен и сокращению доли МУГ. Таким образом, при ОТП магниевых сплавов эволюция микроструктуры тесно связана с развитием текстуры.

ГЛАВА 11. ФАЗОВОЕ ПРЕВРАЩЕНИЕ ПРИ ОТП ТИТАНОВОГО СПЛАВА Ti-6Al-4V

В ходе ОТП температура может достигать величин $\sim 0,5-0,9 T_{пл}$. В некоторых важных конструкционных материалах это может вести к фазовым превращениям, в результате которых структура и свойства сплавов могут радикально изменяться. В этой связи необходимо иметь ясные представления о механизмах этих превращений. В данной главе рассмотрено фазовое превращение при ОТП титанового сплава Ti-6Al-4V.

Предварительный микроструктурный анализ в зоне перемешивания данного материала выявил формирование β превращенной структуры (Рис. 10а). Специфическая морфология микроструктуры недвусмысленно свидетельствовала о том, что максимальная температура превысила β трансус, и, таким образом, конечная микроструктура образовалась в результате фазового превращения высокотемпературной β фазы в низкотемпературную α фазу.

На основе непосредственного сравнения кристаллографических ориентировок сопрягающихся α и β фаз (Рис. 10б-г), а также исходя из специфического характера спектра разориентировок в α фазе, было доказано, что фазовое превращение $\beta \rightarrow \alpha$ подчинялось ориентационному соотношению Бюргерса $\{110\}_{\beta} // \{0001\}_{\alpha}$, $\langle 111 \rangle_{\beta} // \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha}$.

При этом, однако, отмечено наличие небольших, но систематических отклонений от идеального ориентационного соотношения.

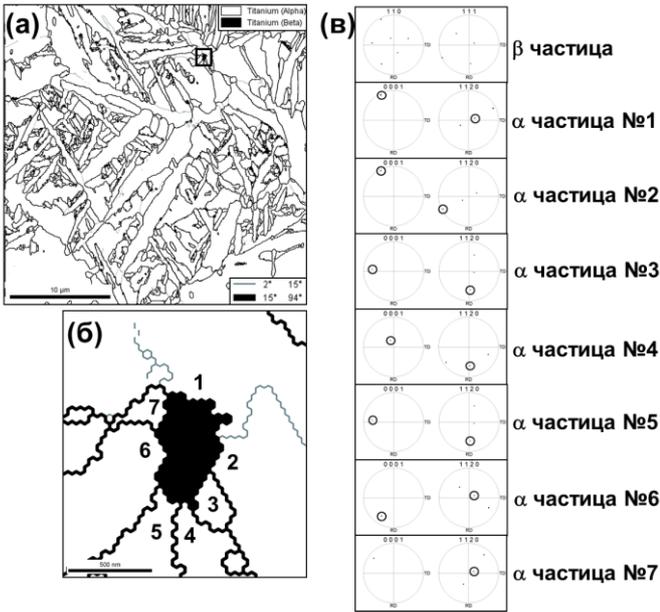


Рисунок 10. EBSD карта (а) с выделенным участком показанном при большем увеличении (б) и сопоставление кристаллографических ориентировок β фазы и 7 смежных α частиц (в). На рис. (б) β фаза показана черным. На полюсных фигурах кружками указаны параллельные направления в α и β фазах

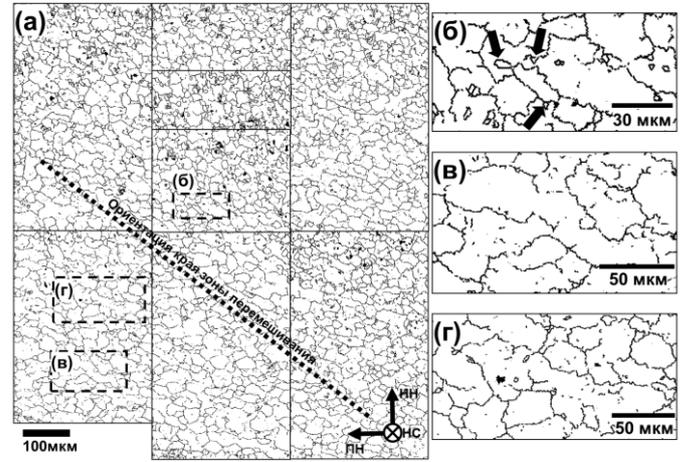


Рисунок 11. Реконструированная зеренная структура высокотемпературной β фазы, сформировавшаяся в зоне перемешивания (а) с выделенными областями, показанными при большем увеличении (б - г). Примечание: черные кластеры соответствуют остаточной β фазе.

Исходя из наличия ориентационного соотношения между α и β фазами, была реконструирована зеренная структура, сформировавшаяся в высокотемпературной β фазе в ходе ОТП (Рис. 11). Использованный метод реконструкции основан на факте уникальности набора возможных разориентировок между кристаллографическими вариантами, формирующимися внутри одного и того же исходного β зерна. Математически эти разориентировки можно выразить как:

$$R_{V1,V2} = M_{\min} T_{V2} T_{V1}^{-1} \quad (4)$$

где $R_{V1,V2}$ - матрица разориентировки между вариантами 1 и 2, а T_{V1} и T_{V2} - матрицы, описывающие фазовое превращение $\beta \rightarrow \alpha$ для этих вариантов. Вследствие своей уникальности, эти разориентировки могут быть легко идентифицированы на EBSD карте, что, свою очередь, позволяет выявить контуры исходных β зерен.

На основе анализа реконструированной высокотемпературной β фазы (Рис. 11) показано, что эволюция микроструктуры при ОТП представляла собой довольно сложный процесс. Он включал в себя рост β зерен, их формоизменение в результате геометрического эффекта деформации, а также последующее поперечное деление в результате развития фрагментации. Также отмечено возможное протекание частичной рекристаллизации по прерывистому механизму.

Исходя из анализа EBSD-реконструированной микроструктуры предположено, что наличие развитой субструктуры внутри β зерен (т.е. непостоянство их кристаллографической ориентировки) и являлось причиной небольших, но систематических отклонений от идеального ориентационного соотношения Бюргерса.

Для оценки текстуры, сформировавшейся в высокотемпературной β фазе, предложена простая методика, основанная на ориентационном соотношении Бюргерса, связывающего α и β фазы. Совместно с непосредственным измерением кристаллографических ориентировок в остаточной β фазе применение данного метода

позволило выявить формирование аксиальной текстуры типа $\{hkl\} \langle 111 \rangle$ и идеальной текстуры простого сдвига $D_2(\bar{1}\bar{1}2)[111]$ в ходе ОТП. Данный результат был интерпретирован как признак преобладания дислокационного скольжения $\{112\} \langle 111 \rangle$ при деформации β фазы. Текстура, сформировавшаяся в β фазе, наследовалась α фазой в ходе последующего фазового превращения $\beta \rightarrow \alpha$.

ГЛАВА 12. МАРТЕНСИТНОЕ ПРЕВРАЩЕНИЕ ПРИ ОТП ФЕРРИТО-МАРТЕНСИТНОЙ СТАЛИ

Стали представляют собой один из наиболее широко используемых конструкционных материалов. Учитывая выдающиеся преимущества ОТП, адаптация этой технологии для обработки сталей может иметь большое практическое значение. Первые эксперименты в этой области показали, что в процессе ОТП стали нередко испытывают мартенситное превращение, которое и предопределяет их служебные свойства. Данное обстоятельство обусловило повышенный интерес к этому явлению. В данной главе мартенситное превращение в ходе ОТП рассмотрено на примере феррито-мартенситной стали DP 590 (Таблица 1).

Предварительный анализ морфологических особенностей микроструктуры, сформировавшейся в зоне перемешивания, показал, что температура обработки действительно превысила линию A_3 на фазовой диаграмме, и, таким образом, пластическое течение в ходе ОТП имело место в аустенитной фазовой области. В ходе охлаждения после обработки аустенит трансформировался в мартенсит.

Анализ ориентировок кристаллографических вариантов внутри исходных аустенитных зерен (Рис. 12) показал, что ориентационное соотношение между аустенитом и мартенситом не может быть однозначно интерпретировано в рамках обычных соотношений Курдюмова-Закса $\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha, \langle 110 \rangle_\gamma // \langle 111 \rangle_\alpha$ или Нишиямы-Вассермана $\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha, \langle 112 \rangle_\gamma // \langle 111 \rangle_\alpha$. Вследствие значительного ориентационного градиента внутри мартенситной фазы более целесообразным представляется использование смешанной модели, в соответствии с которой оба этих ориентационных соотношения задействованы одновременно.

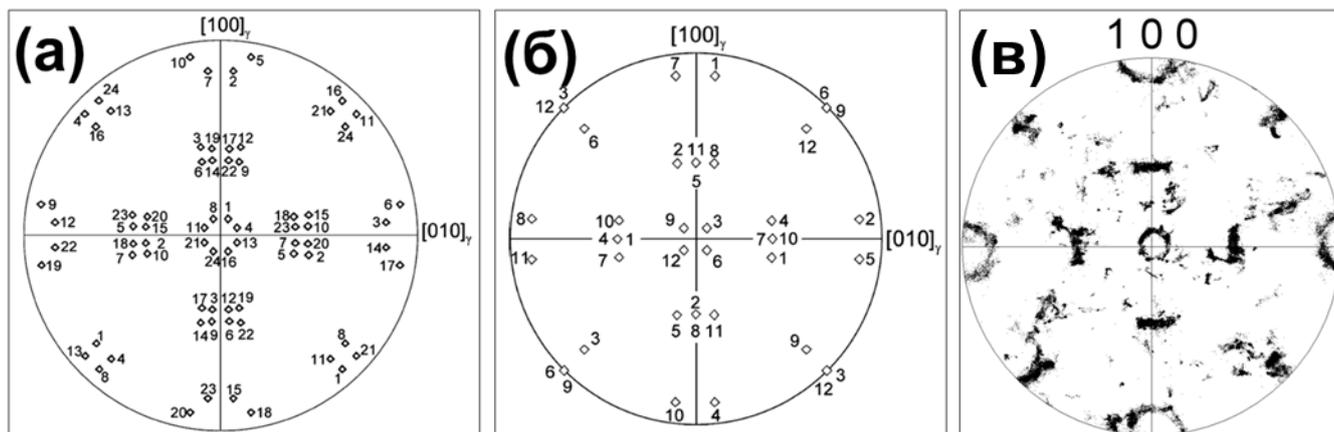


Рисунок 12. Идеальные ППФ $\{100\}$, иллюстрирующие ориентировку различных кристаллографических вариантов мартенсита, формирующихся внутри одного и того же исходного аустенитного зерна при ориентационном соотношении Курдюмова-Закса (а) и Нишиямы-Вассермана (б), а также экспериментальная ППФ $\{100\}$, измеренная в зоне перемешивания в феррито-мартенситной стали (в). Примечание: цифровые обозначения на рис. (а, б) соответствуют номерам кристаллографических вариантов.

Реконструкция кристаллографической текстуры аустенита показала, что в ходе ОТП имело место формирование текстуры простого сдвига типа $A/\bar{A}\{111\}\langle 110 \rangle$. При последующем фазовом превращении мартенсит «унаследовал» эту текстуру.

Анализ химического состава материала в зоне перемешивания выявил повышенное содержание кремния, азота и кислорода. Данный факт интерпретирован как свидетельство износа сварочного инструмента, а также интенсивного окисления, имевших место в ходе обработки.

Посредством EBSD-реконструкции зеренной структуры аустенита показано, что формирование мелкозернистого мартенсита в зоне перемешивания обусловлено как развитием рекристаллизации в аустените, так и изменением химического состава материала в ходе ОТП в связи с износом инструмента и процессом окисления.

ГЛАВА 13. КОРРЕЛЯЦИЯ МЕЖДУ МИКРОСТРУКТУРОЙ И АНОМАЛЬНЫМ РОСТОМ ЗЕРЕН В МАТЕРИАЛАХ, ПОДВЕРГНУТЫХ ОТП

Аномальный рост зерен является одной из наиболее существенных проблем в области ОТП. Этот нежелательный эффект нередко проявляется при термической обработке материалов, подвергнутых ОТП, и обычно ведет к существенной деградации свойств. Для предотвращения этого явления необходимо иметь ясные представления о его механизмах. На момент постановки задачи диссертационного исследования подобные представления отсутствовали. В этой связи в диссертационную работу было также включено изучение и этой проблемы.

В данной главе рассмотрена корреляция между макроскопической неоднородностью микроструктуры в зоне обработки и аномальным ростом зерен. Установлено, что зарождение аномально крупных зерен как правило имело место в приповерхностном слое зоны перемешивания (Рис. 13).

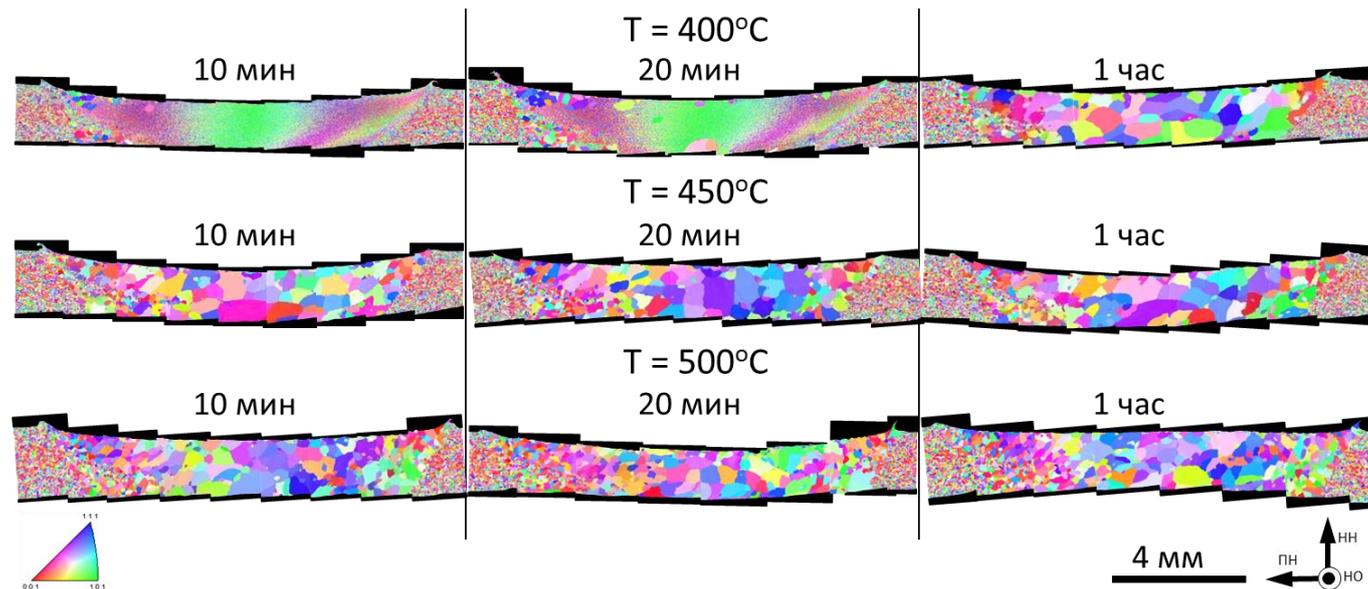


Рисунок 13. Панорамные EBSD карты, иллюстрирующие влияние температуры и времени отжига на аномальный рост зерен в технически чистом алюминиевом сплаве, подвергнутом ОТП.

Аномальный рост зерен был проанализирован в рамках «ячеистой» модели профессора Хамфри, в соответствии с которой поведение материала при отжиге определяется размером зерен, а также энергией и подвижностью границ. Согласно этой теории условие неустойчивости структуры можно выразить как:

$$M\bar{\gamma} - \frac{D\bar{M}\gamma}{D} - \frac{D\bar{M}\bar{\gamma}}{4D} > 0 \quad (5)$$

где M и \bar{M} - подвижность границы anomalно растущего зерна и средняя подвижность границ зернограничного ансамбля соответственно, γ и $\bar{\gamma}$ - удельная энергия границы anomalно растущего зерна и средняя удельная энергия границ зернограничного ансамбля соответственно, а D и \bar{D} - размер anomalно растущего зерна и средний размер зерен соответственно.

Если материал содержит дисперсные частицы вторичных фаз, то их тормозящий эффект можно выразить посредством так называемого параметра Z :

$$Z = \frac{3F_v D}{d} \quad (6)$$

где F_v – объемная доля частиц, а d – средний размер частиц.

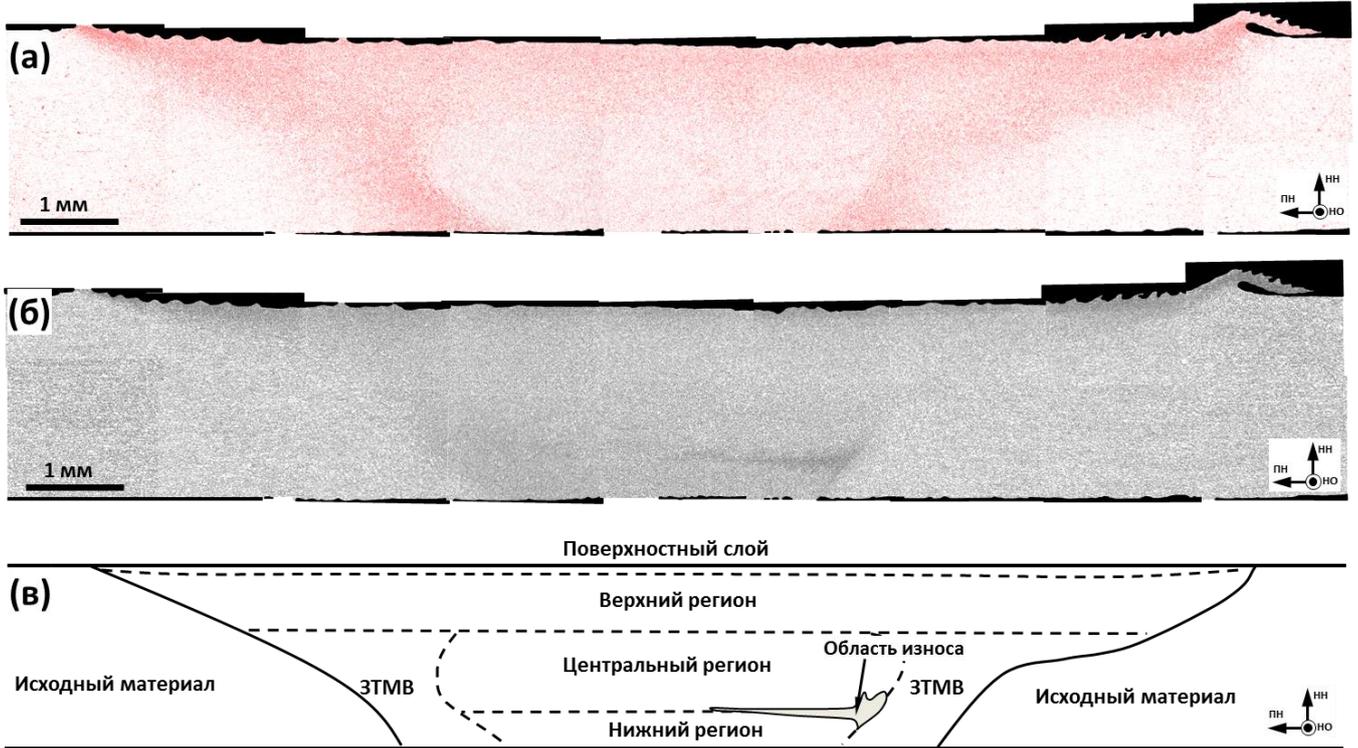


Рисунок 14. Панорамные EBSD карты, иллюстрирующие пространственное распределение МУГ (а) и БУГ (б) в зоне обработки, а также схема, иллюстрирующая различные микроструктурные области в зоне обработки (в). На рис. (в), ЗТМВ соответствует зоне термо-механического влияния.

Показано, что anomalный рост зерен тесно связан с макроскопической неоднородностью микроструктуры в зоне обработки. Специфический характер пластического течения в ходе ОТП, а также неоднородность поля температур внутри деформационной зоны ведут к формированию мелкозернистого приповерхностного слоя, как отмечено в Главе 3 и показано на Рис. 14. Вследствие относительно большой площади поверхности границ зерен в этих регионах, тормозящий эффект частиц вторичных фаз недостаточен для стабилизации микроструктуры, что и ведет к anomalному росту зерен.

ГЛАВА 14. ТЕКСТУРА, ФОРМИРУЮЩАЯСЯ В ХОДЕ АНОМАЛЬНОГО РОСТА ЗЕРЕН

В данной главе исследована текстура, формирующаяся в ходе anomalного роста зерен в технически чистом алюминии, подвергнутом ОТП. Посредством EBSD была измерена кристаллографическая ориентировка anomalных зерен, как показано на Рис. 13. Обнаружено, что она не является произвольной. Установлено, что anomalный рост

зерен ведет к развороту исходной текстуры простого сдвига на $25-35^\circ$ относительно кристаллографической оси $\langle 111 \rangle$ и соответствующему формированию текстуры рекристаллизации. Данный эффект увязан с повышенной мобильностью $30-40^\circ \langle 111 \rangle$ границ в ГЦК решетке, обеспечивающей преимущество в росте отдельных зерен.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1) Текстура, образующаяся в ходе ОТП, обычно близка к идеальной текстуре простого сдвига. В отдельных случаях, однако, отмечено формирование текстур рекристаллизации. В ГЦК металлах уменьшение ЭДУ ведет к изменению преимущественных кристаллографических ориентировок от $B/\bar{B}\{112\}\langle 110 \rangle$ к $A/\bar{A}\{111\}\langle 110 \rangle$. Данный эффект возможно связан с затруднением поперечного скольжения. В ОЦК металлах выявлено преимущественное образование текстуры $D_2(11\bar{2})[111]$, что свидетельствует о преобладании скольжения по плоскости $\{112\}$. В ГПУ металлах формирующаяся текстура зависит от соотношения c/a и, как следствие, задействованных семейств скольжения. В магниевых сплавах преобладает аксиальная текстура типа $\{0001\}\langle uvw \rangle$, обусловленная базисным скольжением. В α титане отмечено формирование текстуры типа $P_1\{1\bar{1}00\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$, связанной с призматическим скольжением. При ОТП магниевых сплавов обнаружено образование исключительно сильной текстуры, максимальная интенсивность которой может в 50 раз превышать уровень фона.

2) Формирование зеренной структуры в ходе ОТП представляет собой довольно сложный процесс, который обычно включает в себя геометрический эффект деформации, фрагментацию и прерывистую рекристаллизацию. В качестве дополнительных механизмов также возможна активизация механического двойникования, образование двойников отжига и конвергенция зерен. Преобладание того или иного механизма в основном определяется природой материала, но также в некоторой степени может зависеть и от температуры ОТП. В частности, при ОТП кубических металлов с относительно высокой ЭДУ доминирующую роль в эволюции микроструктуры играет фрагментация. Данный эффект скорее всего связан с очень большими деформациями, испытываемыми материалом в ходе обработки. При обработке ГЦК-металлов с относительно низкой ЭДУ основным механизмом эволюции микроструктуры является прерывистая рекристаллизация. Показано, что рекристаллизационные зародыши преимущественно формируются по механизму образования зернограничных «язычков». В ходе этого процесса они наследуют кристаллографическую ориентировку приграничных районов деформированной матрицы. При промежуточной величине ЭДУ отмечен переход от фрагментации к прерывистой рекристаллизации с повышением температуры обработки. При ОТП гексагональных металлов формирование зеренной структуры тесно связано с эволюцией кристаллографической текстуры. Образование очень острой текстуры в зоне перемешивания ведет к частичной конвергенции кристаллографических ориентировок соседних зерен, способствуя, таким образом, уменьшению доли БУГ и увеличению размера зерен.

3) Фазовое превращение $\beta \rightarrow \alpha$, имеющее место в ходе ОТП титанового сплава Ti-6Al-4V, в целом подчиняется ориентационному соотношению Бюргерса $\{110\}_\beta // \{0001\}_\alpha$, $\langle 111 \rangle_\beta // \langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$. Однако наличие развитой субструктуры в высокотемпературной β фазе ведет к небольшим, но систематическим отклонениям от этого соотношения. Показано, что низкотемпературная α фаза наследует деформационную кристаллографическую текстуру простого сдвига, сформировавшуюся в высокотемпературной β фазе.

4) Вследствие наличия значительного ориентационного градиента в мартенситной фазе, рассмотрение мартенситного превращения в ходе ОТП феррито-мартенситных сталей в рамках обычного ориентационного соотношения Курдюмова-Закса $\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha, \langle 110 \rangle_\gamma // \langle 111 \rangle_\alpha$ или Нишиямы-Вассермана $\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha, \langle 112 \rangle_\gamma // \langle 111 \rangle_\alpha$ является не вполне корректным. Более целесообразным представляется использование смешанной модели, в соответствии с которой оба эти ориентационных соотношения задействованы одновременно. В ходе фазового превращения мартенсит наследует кристаллографическую текстуру простого сдвига, сформировавшуюся в аустените.

5) Аномальный рост зерен, имеющий место в ходе отжига материалов, подвергнутых ОТП, связан с макроскопической неоднородностью структуры в зоне обработки. Кристаллографическая ориентация аномально крупных зерен не является произвольной. В технически чистом алюминии, подвергнутом ОТП, аномальный рост зерен ведет к развороту исходной текстуры простого сдвига на $25-35^\circ$ относительно кристаллографической оси $\langle 111 \rangle$ и соответствующему формированию текстуры рекристаллизации. Предположено, что данный эффект может быть связан с повышенной мобильностью $30-40^\circ \langle 111 \rangle$ границ в ГЦК решетке, обеспечивающих преимущество в росте отдельным зернам.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ ОПУБЛИКОВАНО В СЛЕДУЮЩИХ РАБОТАХ

1. Миронов С.Ю. Формирование зеренной структуры при сварке трением с перемешиванием / С.Ю. Миронов // Физическая мезомеханика – 2014. - т.17. - №1. - С. 103-113.
2. Миронов С.Ю. Кристаллографические текстуры, формирующиеся при сварке трением с перемешиванием / С.Ю. Миронов // Физическая мезомеханика. – 2014. - т.17. - №2. - С. 43-54.
3. Миронов С.Ю. Эволюция микроструктуры сплава ВТ6 при сварке трением с перемешиванием / С.Ю. Миронов // Деформация и разрушение материалов. – 2014. - №6. - С. 25-33.
4. Миронов С.Ю. Эволюция микроструктуры феррито-мартенситной стали при сварке трением с перемешиванием / С.Ю. Миронов // Деформация и разрушение материалов. – 2014. - №5. - С. 32-41.
5. Миронов С.Ю. Об аномальном росте зерен в сварных швах, полученных сваркой трением с перемешиванием / С.Ю. Миронов // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2015. - №1. – С. 38-46.
6. Mironov, S. Microstructural evolution during friction stir-processing of pure iron / S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa // Acta Materialia. – 2008. - V. 56. – P. 2602-2614.
7. Mironov, S. Development of grain structure during friction stir welding of pure titanium / S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa // Acta Materialia. – 2009. - V. 57. – P. 4519-4528.
8. Suhuddin, U.F.H.R. Grain structure evolution during friction stir welding of AZ31 magnesium alloy / U.F.H.R. Suhuddin, S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa, C.W. Lee // Acta Materialia. – 2009. - V. 57. – P. 5406-5418.
9. Mironov, S. Structural response of superaustenitic stainless steel to friction stir welding / S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa // Acta Materialia. – 2011. - V. 59. – P. 5472-5481.
10. Jeon, J. Friction-stir spot welding of single crystal austenitic stainless steel / J. Jeon, S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa, S.H.C. Park, S. Hirano // Acta Materialia. – 2011. - V. 59. – P. 7439-7449.
11. Jeon, J. Anisotropy of structural response of single crystal austenitic stainless steel to friction stir welding / J. Jeon, S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa, S.H.C. Park and S. Hirano // Acta Materialia. – 2013. - V. 61. – P. 3465-3472.

12. Mironov, S. Microstructure evolution during friction-stir welding of AZ31 magnesium alloy / S. Mironov, N. Onuma, Y.S. Sato, H. Kokawa // *Acta Materialia*. – 2015. - V. 100. – P. 301-312.
13. Mironov, S. Development of grain structure in β -phase field during friction stir welding of Ti-6Al-4V alloy / S. Mironov, Y. Zhang, Y.S. Sato and H. Kokawa // *Scripta Materialia*. – 2008. - V. 59. – P. 27-30.
14. Mironov, S. Crystallography of transformed β microstructure in friction stir welded Ti-6Al-4V alloy / S. Mironov, Y. Zhang, Y.S. Sato and H. Kokawa // *Scripta Materialia*. – 2008. - V. 59. – P. 511-514.
15. Sato, Y.S. Microstructural studies of friction stir welded Zircaloy-4 / Y.S. Sato, Y. Nagahama, S. Mironov, H. Kokawa, S.H.C. Park and S. Hirano // *Scripta Materialia*. – 2012. - V. 67. – P. 241-244.
16. Mironov, S. Relationship between material flow and abnormal grain growth in friction-stir welds / S. Mironov, K. Masaki, Y.S. Sato, H. Kokawa // *Scripta Materialia*. – 2012. - V. 67. – P. 983-986.
17. Suhuddin, U.F.H.R. Grain structure and texture evolution during friction stir welding of thin 6016 aluminum alloy sheets / U.F.H.R. Suhuddin, S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa // *Material Science & Engineering A*. – 2010. - V. 527. – P. 1962-1969.
18. Yang, Q. Material flow during friction stir spot welding / Q. Yang, S. Mironov, Y.S. Sato and K. Okamoto // *Material Science & Engineering A*. – 2010. - V. 527. – P. 4389-4398.
19. Mironov, S. Microstructural evolution during friction stir welding of Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn alloy / S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa // *Material Science & Engineering A*. – 2010. - V. 527. – P. 7498-7504.
20. Zhemchuzhnikova, D. Cryogenic properties of Al-Mg-Sc-Zr friction-stir welds / D. Zhemchuzhnikova, S. Malopheyev, S. Mironov, R. Kaibyshev // *Materials Science & Engineering A*. – 2014. – V. 598. – P. 387-395
21. Malopheyev, S. Friction-stir welding of an Al-Mg-Sc-Zr alloy in as-fabricated and work-hardened conditions / S. Malopheyev, V. Kulitskiy, S. Mironov, D. Zhemchuzhnikova, R. Kaibyshev // *Materials Science & Engineering A*. – 2014. – V. 600. – P. 159-170.
22. Malopheyev, S. Friction-stir welding of ultra-fined grained sheets of Al-Mg-Sc-Zr alloy / S. Malopheyev, S. Mironov, V. Kulitskiy, R. Kaibyshev // *Materials Science & Engineering A*. – 2015. – V. 624. – P. 132-139.
23. Malopheyev, S. Superplasticity of friction-stir welded Al-Mg-Sc sheets with ultrafin-grained microstructure/ S. Malopheyev, S. Mironov, V. Kulitskiy, R. Kaibyshev // *Materials Science & Engineering A*. – 2015. – V. 649. – P. 85-92
24. Ohashi, R. Microstructural characterization of high-strength steel lap joint produced by friction spot joining / R. Ohashi, M. Fujimoto, S. Mironov, Y.S. Sato, and H. Kokawa // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2009. - V. 40. – P. 2033-2035.
25. Mironov, S. Specific character of material flow in near-surface layer during friction stir processing of AZ31 magnesium alloy / S. Mironov, Q. Yang, H. Takahashi, I. Takahashi, K. Okamoto, Y.S. Sato, H. Kokawa // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2010. - V. 41. – P. 1016-1024.
26. Suhuddin, R. Microstructural evolution during friction surfacing of dissimilar aluminum alloys / U. Suhuddin, S. Mironov, H. Krohn, M. Beyer, J.F. Dos Santos // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2012. - V. 43. – P. 5254-5231.
27. Mironov, S. Texture produced by abnormal grain growth in friction stir-welded aluminum alloy 1050 / S. Mironov, K. Masaki, Y.S. Sato and H. Kokawa // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2013. - V. 44. – P. 1153-1157.
28. Jeon, J. Grain structure development during friction stir welding of single-crystal austenitic stainless steel / J. Jeon, S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa, S.H.C. Park and S. Hirano // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2013. - V. 44. – P. 3157-3166.

29. Mironov, S. Effect of welding temperature on microstructure of friction-stir welded aluminum alloy 1050 / S. Mironov, K. Inagaki, Y.S. Sato & H. Kokawa // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2015. - V. 46. – P. 783-790.

30. Mironov, S. Feasibility of friction stir welding for joining and microstructure refinement in a ZK60 magnesium alloy / S. Mironov, Y. Motohashi, T. Ito, A. Goloborodko, K. Funami, R. Kaibyshev // *Materials Transactions*. – 2007. - V. 48. – P. 3140-4148.

31. Mironov, S. Grain growth behaviours in a friction-stir-welded ZK60 magnesium alloy / S. Mironov, Y. Motohashi, R. Kaibyshev // *Materials Transactions*. – 2007. - V. 48. – P. 1387-1395.

32. Mironov, S. Development of grain structure during friction stir welding of a ZK60 magnesium alloy / S. Mironov, Y. Motohashi, R. Kaibyshev, H. Somekawa, T. Mukai, K. Tsuzaki // *Materials Transactions*. – 2009. - V. 50. – P. 610-617.

33. Mironov, S. Development of grain structure during friction-stir welding of Cu–30Zn brass / S. Mironov, K. Inagaki, Y.S. Sato & H. Kokawa // *Philosophical Magazine*. – 2014. – V. 94. - No. 27. - P. 3137-3147.

34. Mironov, S. Microstructural evolution of pure copper during friction-stir welding / S. Mironov, K. Inagaki, Y.S. Sato & H. Kokawa // *Philosophical Magazine*. – 2015. – V. 95. - No. 47. - P. 367-381.

35. Миронов С.Ю. Анализ пространственного распределения ориентировок элементов структуры поликристаллов, получаемого методами просвечивающей электронной микроскопии и обратно рассеянного пучка электронов в сканирующем электронном микроскопе / С.Ю. Миронов, В.Н. Даниленко, М.М. Мышляев, А.В. Корнева // *Физика Твердого Тела*. - 2005. - №7. - С. 1217-1225.

36. Конькова Т.Н. Выявление рекристаллизованной структуры посредством автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов / Т.Н. Конькова, С.Ю. Миронов, А.В. Корзников, М.М. Мышляев // *Физика Твердого Тела*. – 2012. - Т. 54. - С. 652-656.

37. Suhuddin, U. Grain structure formation ahead of tool during friction stir welding of AZ31 magnesium alloy / U. Suhuddin, S. Mironov, H. Takahashi, Y. Sato, H. Kokawa, and C.-W. Lee // *Solid State Phenomena*. - 2010. – V. 160. – P. 313-318.

38. Mironov, S. Evaluation of texture developed in high-temperature β -phase during friction stir welding of Ti-6Al-4V / S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa // *Key Engineering Materials*. – 2012. – V. 508. – P. 106-111.

39. Malopheyev, S. Effect of strain hardening on the joint efficiency of an Al-Mg-Sc-Zr alloy subjected to friction stir welding / S. Malopheyev, V. Kulitskiy, S. Mironov, D. Zhemchuzhnikova, R. Kaibyshev // *Advanced Materials Research*. – 2014. – V. 922. – P. 463-468.

40. Hua, P. Microstructure and properties in friction stir weld of 12Cr steel / P. Hua, S. Moronov, C. Z. Nie, Y. S. Sato, H. Kokawa, S. H. C. Park and S. Hirano // *Science and Technology of Welding and Joining* – 2014. – V. 19. - №1. – P. 76-81.

41. Ohashi, R. Effect of contamination on microstructure in friction stir spot welded DP590 steel / R. Ohashi, M. Fujimoto, S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa // *Science and Technology of Welding and Joining*. – 2009. – V. 14. – P. 221-227.

42. Конькова Т.Н. Анализ спектра разориентировок на основе удельной поверхности границ зерен / Т.Н. Конькова, С.Ю. Миронов, А.В. Корзников, М.М. Мышляев // *Деформация и Разрушение Материалов*. – 2012. - №6. -С. 41-46.

43. Конькова Т.Н. Разделение механических двойников и двойников отжига посредством EBSD / Т.Н. Конькова, С.Ю. Миронов, А.В. Корзников, М.М. Мышляев // *Физическая мезомеханика*. - 2012. – Т. 15. - №3. -С. 101-104.

44. Даниленко В.Н. Анализ спектров разориентировок границ зерен полученных методами просвечивающей электронной микроскопии и методом дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) / В.Н. Даниленко, С.Ю. Миронов, М.М. Мышляев, А.П. Жилиев // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. - 2005. - №10. - С. 25-28.

45. Даниленко В.Н. Применение EBSD-анализа в физическом материаловедении / В.Н. Даниленко, С.Ю. Миронов, А. Беляков, А.П. Жиляев // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. - 2012. - №2. - С. 28-46.
46. Mironov, S. EBSD study of friction-stir welded materials: experience of sample preparation / S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa // Japan Welding Society Journal. – 2008. V. 77. – P. 49-51.
47. Kokawa, H. Texture development during friction stir welding of magnesium alloys / H. Kokawa, Y.S. Sato, and S. Mironov // Materials Science Forum. – 2012. – V. 702-703. – P. 43-47.
48. Malopheyev, S. Friction stir welding of an Al-Mg-Sc-Zr alloy with ultra-fined grained structure / S. Malopheyev, S. Mironov, V. Kulitskiy, R. Kaibyshev // Materials Science Forum. – 2014. - Vols. 794-796. – P. 365-370.
49. Malopheyev, S. Superplastic behavior of friction-stir welded joints of an Al-Mg-Sc-Zr alloy with ultra-fined grained structure / S. Malopheyev, S. Mironov, I. Vysotskiy, R. Kaibyshev // Materials Science Forum. – 2016. - Vols. 838-839. – P. 338-343.
50. Ohashi, R. Friction spot joining of high strength steel sheets for automotive / R. Ohashi, M. Fujimoto, S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa // Welding in the World. – 2009. - V. 53. – P. 23-27.
51. Mironov, S. Structural response of metals to friction stir welding / S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa // Letters on Materials. – 2014. – V. 4. - № 2. – P. 108-113.
52. Mironov, S. Applications of EBSD to microstructure control in friction stir welding/processing, / S. Mironov, Y.S. Sato, and H. Kokawa // “Electronic Backscatter Diffraction in Materials Science”, 2nd Edition, Adam J. Schwartz, Mukul Kumar, Brent L. Adams, David P. Field editors, Springer, Kluwer Academic/Plenum Publishers. – 2010. – P. 291-300
53. Mironov S., Microstructural evolution during friction stir welding of Ti-6Al-4V alloy / S. Mironov, Y. Zhang, Y.S. Sato and H. Kokawa // “Titanium Alloys: Preparation, Properties and Applications”, Pedro N. Sanchez editor, Nova Science Publishers, Inc., New York. – 2010. – P. 385-403.