

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ  
ИНСТИТУТ ПРОБЛЕМ СВЕРХПЛАСТИЧНОСТИ МЕТАЛЛОВ  
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

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

Диссертация на соискание ученой степени  
доктора физико-математических наук

Научный консультант:

доктор физико-математических наук,  
профессор Мышляев Михаил Михайлович

Уфа – 2016

## ОГЛАВЛЕНИЕ

<b>ВВЕДЕНИЕ</b> .....	5
<b>СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ</b> .....	13
<b>ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ</b> .....	14
1.1. Основы обработки трением с перемешиванием (ОТП).....	14
1.1.1. Принципиальная схема .....	14
1.1.2. Преимущества метода .....	15
1.1.3. Служебные свойства обработанных материалов .....	16
1.1.4. Практическое применение .....	17
1.1.5. Потребность в более глубоком понимании процесса .....	18
1.1. Особенности пластического течения.....	19
1.2.1. Температура внутри зоны обработки.....	19
1.2.2. Исследование пластического течения методом сварки разнородных материалов.....	21
1.2.3. Исследование пластического течения методом трассеров.....	22
1.2.4. Компьютерное моделирование.....	23
1.2.5. Текстуальный анализ.....	24
1.3. Особенности формирования структуры.....	25
1.3.1. Макроструктура.....	25
1.3.2. Частицы вторичных фаз.....	27
1.3.3. Микроструктура.....	28
1.4. Мотивация данного исследования.....	30
1.4.1. Ограниченность современных представлений о пластическом течении и эволюции микроструктуры в ходе ОТП.....	30
1.4.2. Постановка цели и задач исследования.....	32
<b>ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ</b> .....	34
2.1. Материалы исследований .....	34
2.2. Методика ОТП .....	35
2.3. Методики изучения процесса эволюции микроструктуры.....	37
2.4. Ориентационная микроскопия (EBSD анализ).....	39
2.5. Анализ спектра разориентировок на основе удельной поверхности границ.....	41
2.6. Выявление рекристаллизованной структуры посредством EBSD.....	44
<b>ГЛАВА 3. ОСОБЕННОСТИ ПЛАСТИЧЕСКОГО ТЕЧЕНИЯ ПРИ ОТП</b> .....	48
3.1. Предварительный анализ .....	48
3.2. Текстура в деформационной зоне перед сварочным инструментом .....	50
3.3. Текстура в зоне перемешивания.....	53
3.4. Выводы по главе .....	56
<b>ГЛАВА 4. ТИПИЧНЫЕ ТЕКСТУРЫ, ФОРМИРУЮЩИЕСЯ ПРИ ОТП</b> .....	57
4.1. Идеальные текстуры простого сдвига.....	58
4.2. ГЦК-металлы с высокой ЭДУ.....	60
4.3. ГЦК-металлы с умеренной ЭДУ.....	62
4.4. ГЦК-металлы с низкой ЭДУ.....	63
4.5. ОЦК-металлы.....	64
4.6. ГПУ-металлы.....	65
4.7. Текстура рекристаллизации.....	68
4.8. Выводы по главе .....	71
<b>ГЛАВА 5. ФРАГМЕНТАЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ ПРИ ОТП КУБИЧЕСКИХ МЕТАЛЛОВ С ВЫСОКОЙ ЭДУ</b> .....	72
5.1. Общие закономерности эволюции микроструктуры.....	72
5.1.1. Начальный этап пластического течения.....	73
5.1.2. Диапазон умеренных деформаций.....	74
5.1.3. Микроструктура в непосредственной близости от зоны.....	75

перемешивания.....	77
5.2. Плоскости залегания границ деформационного происхождения....	77
5.2.1. Макроскопическое выравнивание границ.....	78
5.2.2. Кристаллографическое выравнивание границ.....	79
5.3. Зона перемешивания.....	81
5.3.1. Морфология микроструктуры и размер зерен.....	81
5.3.2. Спектр разориентировок .....	83
5.4. Выводы по главе .....	86
<b>ГЛАВА 6. ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ОБРАБОТКИ НА ФОРМИРОВАНИЕ</b>	
<b>МИКРОСТРУКТУРЫ В ГЦК МЕТАЛЛАХ С ВЫСОКОЙ ЭДУ</b> .....	87
6.1. Микроструктура в зоне перемешивания .....	88
6.2. Эволюция микроструктуры при низких температурах.....	89
6.3. Эволюция микроструктуры при высоких температурах.....	91
6.4. Текстура в зоне перемешивания.....	93
6.5. Прочность материала в зоне перемешивания.....	95
6.6. Выводы по главе.....	96
<b>ГЛАВА 7. ПЕРЫВИСТАЯ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ ПРИ ОТП ГЦК-</b>	
<b>МЕТАЛЛОВ С НИЗКОЙ ЭДУ</b> .....	98
7.1. Общие закономерности эволюции микроструктуры .....	98
7.1.1. Начальный этап пластического течения .....	100
7.1.2. Диапазон умеренных деформаций .....	102
7.1.3. Диапазон больших деформаций.....	103
7.2. Микроструктура в зоне перемешивания .....	105
7.2.1. Общая характеристика .....	105
7.2.2. Разделение микроструктуры на рекристаллизованную и	
деформированную составляющие .....	106
7.3. Выводы по главе .....	110
<b>ГЛАВА 8. ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ОБРАБОТКИ НА ФОРМИРОВАНИЕ</b>	
<b>МИКРОСТРУКТУРЫ В ГЦК МЕТАЛЛАХ С НИЗКОЙ ЭДУ</b> .....	112
8.1. Микроструктура в зоне перемешивания .....	112
8.2. Эволюция микроструктуры при низких температурах.....	114
8.3. Эволюция микроструктуры при высоких температурах.....	117
8.4. Текстура в зоне перемешивания.....	119
8.5. Прочность материала в зоне перемешивания.....	120
8.6. Выводы по главе.....	121
<b>ГЛАВА 9. ПЕРЕХОД ОТ ФРАГМЕНТАЦИИ К ПЕРЫВИСТОЙ</b>	
<b>РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ ПРИ ОТП ГЦК МЕТАЛЛОВ С ПРОМЕЖУТОЧНОЙ</b>	
<b>ВЕЛИЧИНОЙ ЭДУ</b> .....	123
9.1. Микроструктура в зоне перемешивания .....	124
9.2. Эволюция микроструктуры при низких температурах.....	126
9.3. Эволюция микроструктуры при высоких температурах.....	129
9.3.1. Микроструктурные изменения перед сварочным инструментом.....	130
9.3.2. Микроструктурные изменения позади сварочного инструмента.....	132
9.4. Текстура в зоне перемешивания.....	134
9.5. Прочность материала в зоне перемешивания.....	135
9.6. Выводы по главе.....	137
<b>ГЛАВА 10. СПЕЦИФИЧЕСКИЙ ХАРАКТЕР ЭВОЛЮЦИИ МИКРОСТРУКТУРЫ</b>	
<b>ПРИ ОТП ГЕКСАГОНАЛЬНЫХ МЕТАЛЛОВ</b> .....	138
10.1. Макроструктура.....	139
10.2. Микроструктура, текстура и спектр разориентировок.....	140
10.3 Эволюция микроструктуры при высоких температурах.....	145

10.3.1. Микроструктурные изменения впереди сварочного инструмента.....	145
10.3.2. Микроструктурные изменения позади сварочного инструмента.....	150
10.4 Эволюция микроструктуры при низких температурах.....	152
10.5 Выводы по главе.....	157
<b>ГЛАВА 11. ФАЗОВОЕ ПРЕВРАЩЕНИЕ ПРИ ОТП ТИТАНОВОГО СПЛАВА Ti-6Al-4V.....</b>	<b>159</b>
11.1. Ориентационное соотношение между $\alpha$ и $\beta$ фазами.....	159
11.1.1. Морфология микроструктуры.....	159
11.1.2. Кристаллографические ориентировки смежных $\alpha$ и $\beta$ частиц.....	160
11.1.3. Спектр разориентировок в $\alpha$ фазе.....	162
11.2. Реконструкция зеренной структуры $\beta$ фазы.....	165
11.2.1. Формулировка проблемы.....	165
11.2.2. Методика реконструкции.....	166
11.2.3. Анализ реконструированной $\beta$ структуры.....	167
11.3. Кристаллографическая текстура в $\beta$ фазе.....	170
11.3.1. Формулировка проблемы.....	170
11.3.2. Методика оценки текстуры высокотемпературной $\beta$ фазы.....	171
11.3.3. Текстуальный анализ .....	172
11.4. Выводы по главе.....	173
<b>ГЛАВА 12. МАРТЕНСИТНОЕ ПРЕВРАЩЕНИЕ ПРИ ОТП ФЕРРИТО-МАРТЕНСИТНЫХ СТАЛЕЙ .....</b>	<b>176</b>
12.1. Микроструктура в зоне обработки.....	176
12.2. Кристаллографический анализ мартенсита .....	179
12.3. Анализ кристаллографической текстуры в аустенитной фазе .....	183
12.4. Анализ зеренной структуры аустенита .....	184
12.5. Изменение химического состава материала в ходе ОТП .....	187
12.6. Выводы по главе .....	188
<b>ГЛАВА 13. КОРРЕЛЯЦИЯ МЕЖДУ МИКРОСТРУКТУРОЙ И АНОМАЛЬНЫМ РОСТОМ ЗЕРЕН В МАТЕРИАЛАХ, ПОДВЕРГНУТЫХ ОТП .....</b>	<b>190</b>
13.1. Теоретические основы аномального роста зерен.....	191
13.2. Предварительный анализ аномального роста зерен в зоне обработки.....	192
13.3. Неоднородность зеренной структуры в зоне обработки.....	193
13.4. Распределение частиц вторичных фаз в зоне перемешивания .....	197
13.5. Анализ термостабильности .....	198
13.6. Выводы по главе .....	200
<b>ГЛАВА 14. КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКАЯ ТЕКСТУРА, ФОРМИРУЕМАЯ В ХОДЕ АНОМАЛЬНОГО РОСТА ЗЕРЕН .....</b>	<b>201</b>
14.1. EBSD анализ аномального роста зерен.....	201
14.2. Текстуальный анализ .....	202
14.3. Выводы по главе .....	204
<b>ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....</b>	<b>205</b>
<b>СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....</b>	<b>208</b>
<b>СПИСОК ИЛЛЮСТРАТИВНОГО МАТЕРИАЛА.....</b>	<b>232</b>



## ВВЕДЕНИЕ

**Актуальность работы.** Изучение физической природы и 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. Известно, что в условиях относительно высоких температур и низких скоростей деформации в материалах может наблюдаться явление сверхпластичности. При относительно низких температурах и высоких скоростях нагружения в кристаллах протекает процесс фрагментации, который может способствовать радикальному измельчению микроструктуры. Оба этих феномена имеют огромный практический потенциал, а их изучение 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 исследован не очень хорошо. Подобная экстремальная комбинация деформационных условий может быть реализована при динамической интенсивной пластической деформации, сварке взрывом или при обработке трением с перемешиванием (ОТП). Среди этих технологий можно выделить ОТП, которая, в настоящий момент, наиболее широко востребована в промышленности.

Данная технология была разработана как принципиально новый метод получения сварных соединений в металлических материалах. Для осуществления процесса сварки в соответствии с данным методом используется специальный сварочный инструмент, вращающийся вокруг своей оси с очень большой угловой скоростью. В ходе обработки

вращающийся инструмент вводится в стык между двумя свариваемыми деталями, а затем перемещается вдоль него. Вследствие трения между вращающимся инструментом и свариваемыми заготовками, материал в зоне сварного шва разогревается до температур порядка  $0,5-0,9 T_m$ . Пластифицированный, таким образом, материал обеих заготовок механически перемешивается, и в результате получается сварное соединение.

В ходе обработки материал подвергается очень большой и высокоскоростной деформации. Компьютерное моделирование процесса показывает, что величина истинной деформации может достигать  $\sim 50$ , а скорости деформации  $\sim 10^0-10^2 \text{ с}^{-1}$ . В международной литературе эта разновидность сварки известна как friction stir welding (FSW). Побочным эффектом процесса сварки является формирование мелкозернистой микроструктуры в зоне сварного шва. Таким образом, данный метод может быть использован также и для получения металлических полуфабрикатов. В этой связи данная технология 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, данная разновидность сварки 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, и в некоторых других областях. В свою очередь, бурное развитие

технологии ОТП и её активное использование в промышленности обусловили потребность в более глубоком понимании этого процесса. Среди исследований в этой области одним из ключевых направлений считается изучение особенностей пластического течения и формирования микроструктуры. Предполагается, что глубокое понимание этих процессов позволит управлять кристаллографической текстурой и микроструктурой обрабатываемого материала и, таким образом, в значительной мере влиять на его служебные свойства.

С другой стороны, фундаментальное исследование процессов пластического течения и эволюции микроструктуры в экстремальных условиях ОТП позволит протестировать наши современные представления о деформационном поведении материалов и, таким образом, обогатит 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 понимания. Стремясь хотя бы отчасти восполнить этот фундаментальный пробел, в представленной работе была предпринята попытка их систематического анализа. В этой связи **целью** данного диссертационного исследования являлось *выявление 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  $\sim 160$  мДж/м<sup>2</sup> в чистом алюминии до  $\sim 20$  мДж/м<sup>2</sup> 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 металлических материалах. 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 том, что в работах, вошедших в диссертацию впервые

(1) Посредством систематического анализа различных конструкционных материалов показано, что кристаллографическая текстура, образующаяся в результате ОТП, как правило 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 гексагонально плотно упакованных (ГПУ)

металлах формируемая текстура является чувствительной к соотношению  $c/a$ . В частности, в магниевых сплавах преобладает базисная аксиальная текстура типа  $\{0001\} \langle uv\bar{t}w \rangle$ , обусловленная базисным скольжением, а в  $\alpha$  титане - текстура типа  $P_1\{1\bar{1}00\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ , связанная с призматическим скольжением. При ОТП магниевых сплавов обнаружено образование исключительно сильной текстуры, максимальная интенсивность которой может до 50 раз превышать уровень фона.

(2) В результате систематического микроструктурного анализа различных материалов показано, что эволюция зеренной структуры в ходе ОТП представляет собой относительно 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 и 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 к 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 доказано, 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 простого сдвига высокотемпературной фазы.

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

Проведенные исследования позволили получить **НОВЫЕ результаты**, которые **выносятся на защиту**:

(1) Основные закономерности макроскопического пластического течения и формирования кристаллографической текстуры в ходе ОТП. Зависимость кристаллографической текстуры от кристаллического строения и энергии дефекта упаковки 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. Ориентационные соотношения между высоко- и низкотемпературными фазами, выявленные 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 специфического характера пластического течения в ходе обработки и макроскопической неоднородности микроструктуры. Кристаллографическая текстура, формируемая в ходе аномального роста зерен.

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.



## СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ

В данной диссертационной работе используются следующие обозначения и сокращения:

СТП	сварка трением с перемешиванием
ОТП	обработка трением с перемешиванием
AS	сторона зоны обработки, на которой вращательное и поступательное движения сварочного инструмента являются однонаправленными
RS	сторона зоны обработки, на которой вращательное и поступательное движения сварочного инструмента являются разнонаправленными
ГЦК	гранецентрированная кубическая (кристаллическая решетка)
ОЦК	объемноцентрированная кубическая (кристаллическая решетка)
ГПУ	гексагональная плотноупакованная (кристаллическая решетка)
ЭДУ	энергия дефекта упаковки
EBSD	автоматический анализ картин дифракции обратно-рассеянных электронов
НО	направление обработки
ПН	поперечное направление
НН	направление нормали
НСд	направление сдвига
НПС	нормаль к плоскости сдвига
ППФ	прямая полюсная фигура
ФРО	функция распределения ориентировок
БУГ	большеугольные границы (зерен)
МУГ	малоугольные границы (субзерен)

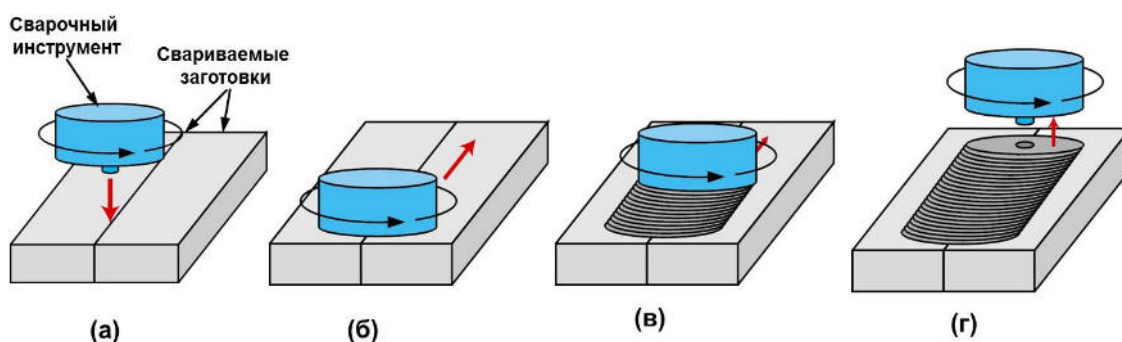
# ГЛАВА 1

## ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

### 1.1. Основы обработки трением с перемешиванием

#### 1.1.1. Принципиальная схема

В 1991 году в Великобритании был запатентован принципиально новый метод сварки металлов в твердом виде [1]. Его схема приведена на Рис. 1.1.

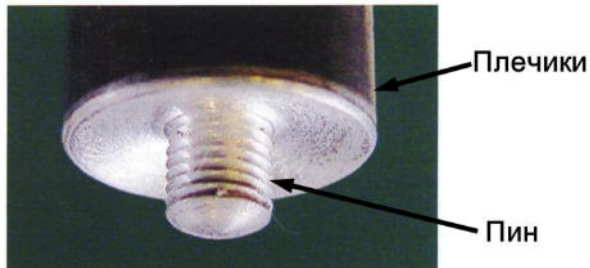


**Рисунок 1.1.** Принципиальная схема сварки трением с перемешиванием: (а) вращение сварочного инструмента, (б) его внедрение в стык между двумя свариваемыми заготовками, (в) перемещение инструмента вдоль сварного шва и (г) извлечение инструмента из сварного шва по окончании процесса сварки.

Для осуществления процесса сварки в соответствии с данным методом используется специальный сварочный инструмент (tool), состоящий из двух основных частей, как показано на Рис. 1.2: пина (pin) и плечиков (shoulder). Этот инструмент вращается вокруг своей оси с очень большой угловой скоростью; в зависимости от условий сварки она может варьироваться от нескольких сотен до нескольких тысяч оборотов в минуту (Рис. 1.1а). Вращающийся инструмент вводится в стык между двумя свариваемыми деталями на полную глубину пина (Рис. 1.1б), а затем перемещается вдоль этого стыка (Рис. 1.1в) со скоростью от нескольких миллиметров в секунду до сотни миллиметров в секунду. Вследствие трения между вращающимся инструментом и свариваемыми заготовками, материал в зоне сварного шва разогревается до температур

порядка 0,5-0,9  $T_m$ . Пластифицированный, таким образом, материал обеих заготовок механически перемешивается, и в результате получается сварное соединение.

Эта технология получила название *сварка трением с перемешиванием (СТП)*. В международной литературе она известна как



**Рисунок 1.2.** Инструмент для сварки трением с перемешиванием

friction stir welding (FSW).

Особенностью данного процесса сварки является то, что материал в зоне сварного шва подвергается большим деформациям при большой скорости и высокой температуре. Хотя прямое

измерение деформационных характеристик является затруднительным, косвенные оценки показывают, что истинная деформация может достигать величины  $\sim 50$ , а скорость деформации  $\sim 10^0-10^2 \text{ s}^{-1}$  [2, 3]. Как следствие, в зоне сварного шва обычно имеет место существенное измельчение микроструктуры. Данный эффект позволяет использовать эту технологию не только для получения сварных соединений, но также и для модификации микроструктуры в металлических полуфабрикатах. Данный метод получил название *обработка трением с перемешиванием* или friction stir processing (FSP). В данной диссертационной работе использовался именно этот термин – обработка трением с перемешиванием (ОТП).

### **1.1.2. Преимущества метода**

Ключевым преимуществом ОТП является избавление от дефектов литой структуры в зоне сварного шва. К наиболее существенным из них относится формирование грубозернистой дендритной структуры, химическая неоднородность, значительные внутренние напряжения и, как следствие, искажение формы свариваемых заготовок, наличие трещин и

пор, а также утрата легирующих элементов. В результате этот вид сварки обеспечивает получение высококачественных сварных соединений даже в материалах, которые ранее считались непригодными для сваривания (например, многие алюминиевые и магниевые сплавы) и существенно упрощает соединение разнородных материалов. Также значительным преимуществом ОТП является полная автоматизация процесса. Как следствие, данная технология характеризуется хорошей воспроизводимостью результатов, и для её обслуживания не нужен высококвалифицированный персонал. Этот вид сварки считается экологически чистой технологией, поскольку для неё, как правило, не требуется использование защитных газов и химическая очистка поверхности свариваемых деталей. Для неё характерен относительно низкий уровень шума, и она является пожаробезопасной. Кроме того, ОТП представляет собой относительно энергоёмкий процесс (потребляемая энергия составляет только 2,5% от лазерной сварки [2]), но, в то же самое время, обеспечивает высокую производительность труда (до 100 мм сварного шва в секунду). Также следует отметить большую гибкость этой технологии, которая может быть пригодна для сварки встык, внахлест, точечной сварки, а также для получения тавровых сварных соединений и соединений с угловым швом [2]. Вследствие своей высокой гибкости, ОТП может быть также использована для локализованного упрочнения наиболее нагруженных частей деталей.

### ***1.1.3. Служебные свойства обработанных материалов***

Вследствие формирования однородной мелкозернистой микроструктуры и отсутствия дефектов литья, сварные соединения, полученные методом ОТП, обычно характеризуются более высоким уровнем механических свойств, чем швы, полученные обычной сваркой путем перевода в расплав. Более того, механические свойства этих сварных соединений нередко не уступают свойствам исходных заготовок

[2]. Это относится, прежде всего, к прочностным и усталостным характеристикам, а также ударной вязкости [2]. В случае аустенитных сталей к преимуществам ОТП относится относительно высокая коррозионная стойкость сварных соединений.

Измельчение микроструктуры в ходе ОТП также может способствовать переводу материалов в сверхпластичное состояние. В частности, ряд алюминиевых сплавов, обработанных по этой технологии, продемонстрировал удлинение свыше 2000% [2].

#### 1.1.4. Практическое применение

Высокие служебные свойства сварных швов, получаемых посредством ОТП, привели к широкому практическому использованию этой технологии. Некоторые примеры приведены на Рис. 1.3 [4].

В частности, в компании Boeing эта разновидность сварки используется для производства внешних топливных баков из алюминиевого сплава AA2014 для космических ракет Delta IV (Рис. 1.3а).

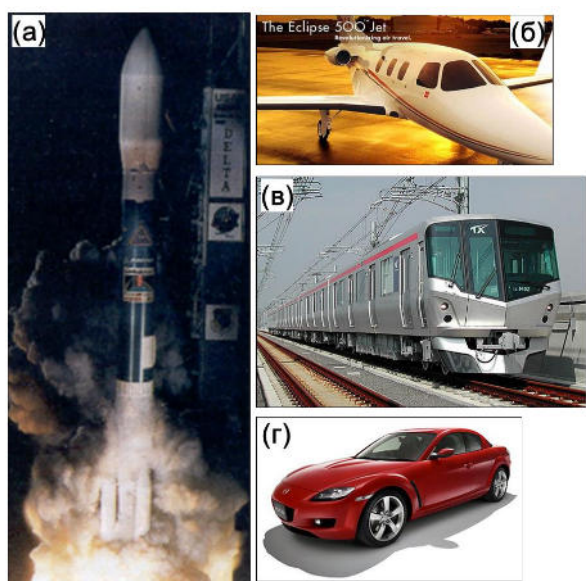


Рисунок 1.3. Примеры практического использования сварки трением с перемешиванием: (а) производство внешних топливных баков для космических ракет Delta IV, (б) крепление стрингеров к обшивке фюзеляжа самолета Eclipse 500 Jet (в) крепление ребер жесткости к корпусу поезда Tsukuba express, (г) крепление крыши и задней двери к кузову автомобиля Mazda RX-8.

Компания Lockheed-Martin Laboratories при помощи этой технологии производила внешние топливные баки из алюминиевого сплава AA2195 для космического челнока Shuttle.

В компании Eclipse Aviation технология ОТП применяется для крепления стрингеров из алюминиевых сплавов серии 7xxx к обшивкам фюзеляжей самолетов Eclipse 500 (Рис. 1.3б).

Выпуск составляет примерно 1500 самолетов в год. С недавних пор эта технология также используется

1500 самолетов в год. С недавних пор эта технология также используется

и в компании Airbus GmbH для крепления продольных балок к обшивке самолетов серии A3xx Airbus.

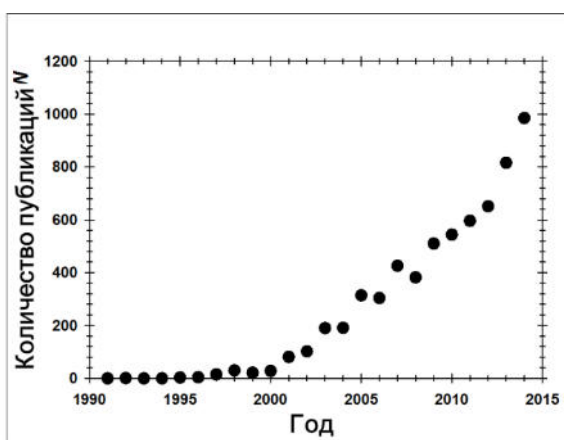
В Японии этот метод сварки используется для производства скоростных поездов Tsukuba Express (Рис. 1.3в). В данном случае он применяется для крепления ребер жесткости (из алюминиевого сплава AA5083) к обшивке вагонов (алюминиевый сплав AA6N01).

Также эта технология активно осваивает автомобильный рынок. В частности, она используется при крепении крыш и задних дверей к кузовам автомобилей Mazda RX-8 (Рис. 1.3г).

Обработка трением с перемешиванием также используется в судостроении, при строительстве мостов и в некоторых других областях [4].

### **1.1.5. Потребность в более глубоком понимании процесса**

Бурное развитие технологии ОТП и её активное использование в промышленности обусловили потребность в более глубоком понимании этого процесса. Эта потребность была, прежде всего, вызвана



**Рисунок 1.4.** Динамика количества научных публикаций в области сварки/обработки трением с перемешиванием. В качестве искомым принимались публикации в названии, аннотации или ключевых словах которых фигурировал термин «friction stir». Поиск осуществлялся при помощи системы Scopus.

необходимостью совершенствования самого процесса обработки с целью получения оптимального соотношения цена/качество сварных соединений и полуфабрикатов.

Динамика научного интереса к этой технологии иллюстрирована на Рис. 1.4. Как следует из него, ОТП начала привлекать к себе внимание исследователей примерно с конца 1990-х - начала 2000-х годов, а к 2010 году количество ежегодных

публикаций по этой тематике перевалило за 500. Среди исследований в этой области одним из ключевых направлений считается изучение

особенностей пластического течения и формирования микроструктуры. Предполагается, что глубокое понимание этих процессов позволит контролировать структуру и кристаллографическую текстуру<sup>1</sup> обрабатываемого материала и, таким образом, управлять его свойствами. Следует особо подчеркнуть, что подобные исследования представляют очень большой интерес и с точки зрения фундаментальной науки. Пластическое течение в условиях ОТП осуществляется в условиях очень больших деформаций, высоких температур и больших скоростей деформации. Формирование микроструктур и текстур при такой экзотической комбинации деформационных условий является относительно малоизученным и, таким образом, их анализ может обогатить физику прочности и пластичности.

В следующих двух разделах изложены представления об особенностях пластического течения и формирования микроструктуры в процессе ОТП, сложившиеся к началу данной диссертационной работы (2004 год).

## **1.2. Особенности пластического течения**

### ***1.2.1. Температура внутри зоны обработки***

Пластическое течение металлов в значительной мере зависит от температуры деформации. Поэтому анализ температурного поля внутри зоны обработки представляет собой большой практический и академический интерес. Следует отметить, что исследования в данной области затруднены невозможностью непосредственного измерения температуры в зоне перемешивания. В этой связи о температуре обычно судят либо по косвенным признакам (микроструктуре или результатам компьютерного моделирования), либо по измерениям, сделанным на некотором удалении от данной зоны.

---

<sup>1</sup> Для простоты, далее в диссертации вместо термина «кристаллографическая текстура» будет использоваться термин «текстура»

Считается, что нагрев в ходе ОТП в основном определяется трением между инструментом и обрабатываемым материалом, но некоторый вклад также вносит адиабатический разогрев в результате деформации [2].

В обзорной работе [5] были проанализированы данные температурных измерений, полученных в ходе ОТП самых различных алюминиевых сплавов. Было показано, что максимальная температура варьируется от 0,6 до 0,9  $T_m$  и, таким образом, сварка действительно осуществляется в твердом виде.

Анализ распределения температур внутри зоны обработки показал, что температурное поле там является довольно неоднородным; в частности, температура в верхней части деформационной зоны является относительно высокой [6]. Данный эффект обусловлен особенностями конструкции сварочного инструмента, состоящего из массивных плечиков и относительно небольшого пина, как показано на Рис. 1.2. Большая контактная поверхность плечиков ведет к большему тепловыделению при трении и, как следствие, повышенной температуре в приповерхностной области. В работе [7] был проведен оригинальный эксперимент, в ходе которого была измерена температура при ОТП посредством обычного инструмента, как показано на Рис. 1.2, а также инструмента, состоящего только из плечиков. Было обнаружено, что температуры в обоих случаях были очень близки. На основании этого результата был сделан вывод, что именно плечики являются основным источником тепла при ОТП.

В работе [5] было также показано, что поле температур внутри шва может быть асимметричным в горизонтальном направлении. Как следует из Рис. 1.1в, процесс ОТП характеризуется сочетанием двух типов движения - вращательного и поступательного. Соответственно, на одной из сторон зоны обработки эти два движения направлены в одну сторону, а на другой они являются разнонаправленными. В мировой литературе эти две стороны обозначаются, соответственно, как *advancing side (AS)* и *retreating*

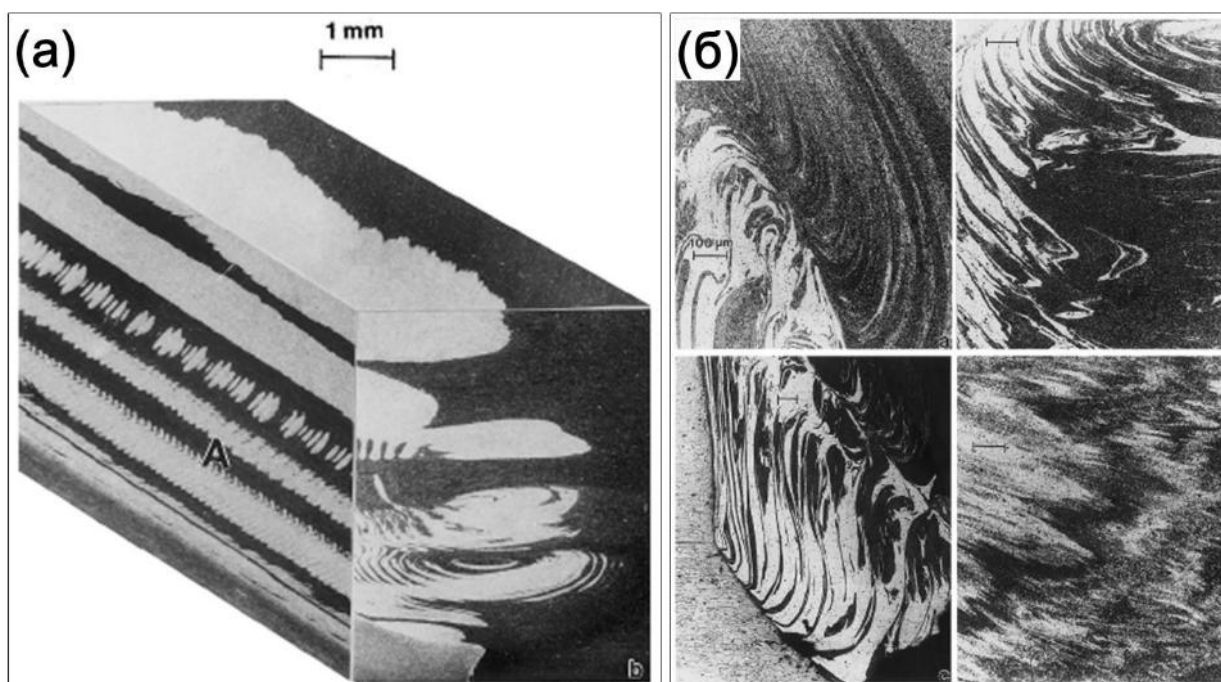


side (RS). В цитированной работе было обнаружено, что температура AS может быть несколько выше, чем RS.

Многочисленные исследования показали, что температура внутри ОТП-зоны является особенно чувствительной к двум параметрам обработки: скорости вращения инструмента и скорости его горизонтальной подачи [5,6,8-10]. В частности, она повышается при увеличении скорости вращения инструмента и/или уменьшении скорости его горизонтальной подачи. В этой связи два данных параметра считаются ключевыми.

### **1.2.2. Исследование пластического течения методом сварки разнородных материалов**

Первые исследования особенностей макроскопического течения металла в ходе ОТП были выполнены путем сваривания разнородных материалов [11-19].



**Рисунок 1.5.** Типичные структуры, наблюдаемые при сварке разнородных металлов: (а) реконструкция трехмерной макроструктуры в зоне сварного шва, (б) локальные структуры, иллюстрирующие сложный характер пластического течения [11].

Эти материалы обычно подбираются исходя из сходства пластических характеристик, но разной травимости. Последующий анализ пространственного распределения этих материалов внутри сварного шва позволяет судить о характере пластического течения в ходе обработки. Характерные структуры, наблюдаемые при использовании этого метода, приведены на Рис. 1.5 [11].

Данные исследования показали, что пластическое течение имеет турбулентный характер, и является довольно сложным, особенно в локальном масштабе (Рис. 1.5б). В дополнение к вращательному перемещению материала, естественному при таком виде нагружения, были также выявлены признаки вертикального течения (Рис. 1.5б).

### ***1.2.3. Исследование пластического течения методом трассеров***

Метод трассеров заключается во внедрении особых элементов-трассеров (например, стальных шариков) в стык между двумя свариваемыми деталями или внутрь самих деталей и последующем анализе их пространственного распределения внутри сварного шва.

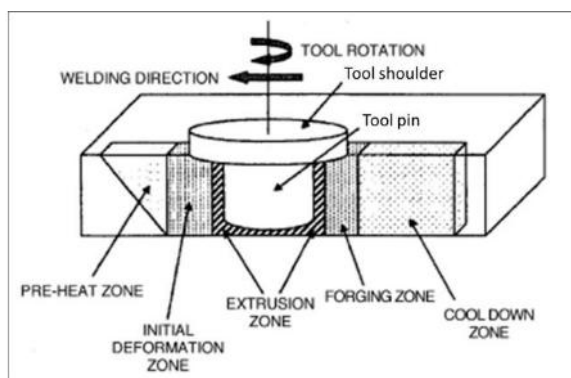
Проведенные исследования показали, что пластическое течение в приповерхностной области зоны обработки является весьма специфическим [20, 21]. Данный эффект был связан с особенностями конструкции сварочного инструмента, состоящего из плечиков и пина, как показано на Рис. 1.2. В верхней части ОТП-зоны массоперенос в основном обусловлен вращающимися плечиками, и движение материала очень близко к вращательному. В глубинных же слоях шва пластическое течение контролируется вращающимся пином, и материал движется сверху вниз по спиралевидной траектории вокруг него.

Также в работах [22, 23] было показано, что траектория движения материальной точки на AS и RS существенно различается; в частности, материал на AS испытывает большую величину деформации. Пластическое течение при ОТП является, таким образом, асимметричным.

### 1.2.4. Компьютерное моделирование

Компьютерное моделирование процесса пластического течения в ходе ОТП в целом хорошо подтверждает результаты, полученные методом трассеров. В частности, было показано, что геометрия сварочного инструмента оказывает значительное влияние на характер массопереноса, и пластическое течение существенно различается на AS и RS [24]. При помощи компьютерного моделирования было также продемонстрировано, что скорость деформации при ОТП может составлять  $10^0$ - $10^2$  с<sup>-1</sup>, а величина истинной деформации достигать ~40 [25].

В работе [26] было предложено рассматривать пластическое течение в ходе ОТП как термомеханический процесс, состоящий из нескольких основных этапов, как схематически показано на Рис. 1.6. Материал впереди движущегося сварочного инструмента сначала разогревается, образуя относительно протяженную зону термического



**Рисунок 1.6.** Представление СТП как термомеханического процесса, включающего в себя 5 последовательных стадий: (1) предварительный нагрев материала, (2) его предварительная деформация, (3) экструзия, (4) ковка, (5) охлаждение [26].

влияния. По мере повышения температуры и, соответственно, понижения предела текучести, материал испытывает предварительную (до контакта с инструментом) пластическую деформацию. Образуется зона термомеханического влияния. При непосредственном контакте с инструментом материал подвергается большой деформации. Характер пластического течения на данной стадии существенно зависит от глубины залегания материала: приповерхностный слой материала деформируется вращающимися плечиками, а массоперенос его глубинных слоев осуществляется вращающимся пином. Пластическое течение материала на этом этапе является довольно стесненным, поскольку сверху оно ограничено плечиками, снизу - подложкой, а с боковых сторон -

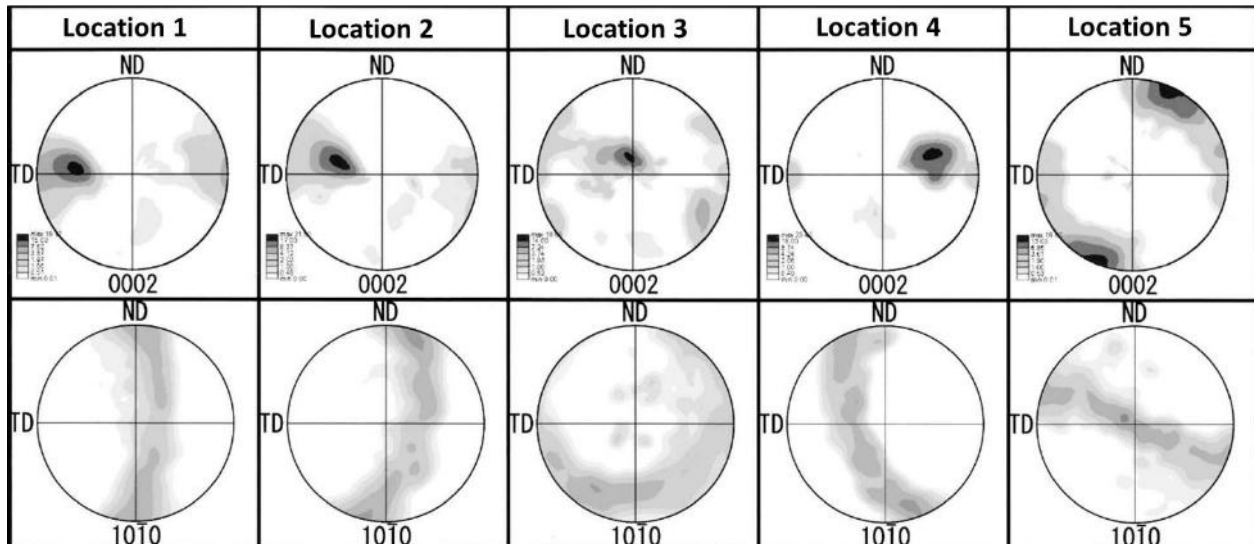
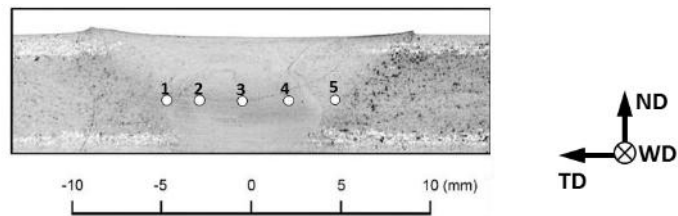
относительно холодным материалом свариваемых заготовок. Исходя из этого, был сделан вывод, что схема нагружения на данной стадии близка к экструзии. При осаждении экструдированного материала внутри ОТП-зоны, он подвергается дополнительной деформации сжатием при относительно высокой скорости. На данном этапе схема нагружения была признана близкой к ковке. По мере удаления сварочного инструмента материал в деформационной зоне охлаждается до комнатной температуры.

### **1.2.5. Текстуриный анализ**

Текстуриный анализ показал, что схема деформации при ОТП близка к простому сдвигу [27-33]. Было установлено также, что направление макроскопического сдвига примерно тангенициально сварочному инструменту. Вследствие вращения этого инструмента в процессе обработки, направление сдвига в зоне сварного шва постоянно изменяется, и это приводит к неоднородному распределению текстуры, как иллюстрировано на Рис. 1.7 [28, 29, 31].

В работах [27, 29, 31, 33] было продемонстрировано, что плоскость макроскопического сдвига обычно примерно параллельна боковой поверхности пина. Это послужило убедительным доказательством, что основной массоперенос в ходе ОТП осуществляется за счет его вращения. В отдельных исследованиях, впрочем, было показано, что в верхней части шва плоскость сдвига может также быть близка к поверхности плечиков [28, 30].

При ОТП алюминиевых сплавов, было обнаружено преимущественное формирование текстуры типа  $\{112\}\langle 110 \rangle$  [27, 30, 32]. Считается, что образование данной компоненты связано с развитием рекристаллизации по механизму "in situ" при высоких температурах и больших деформациях [34]. В некоторых случаях, однако, было также выявлено образование текстурных компонент  $\{111\}\langle 110 \rangle$  и  $\{001\}\langle 110 \rangle$ .



**Рисунок 1.7.** Полюсные фигуры (0002) и (1010) иллюстрирующие неоднородное распределение текстуры внутри зоны перемешивания в магниевом сплаве AZ31 [27].

В магниевых сплавах было обнаружено преобладание аксиальной текстуры типа  $\{0001\}\langle uv\bar{t}w \rangle$ . Считается, что образование этой компоненты в основном обусловлено базисным скольжением  $\{0001\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$  [35, 36], которое, как предполагается, преобладает при ОТП этих материалов.

Текстуры, сформировавшиеся в зоне обработки, как правило являются относительно слабыми; считается, что этот эффект обусловлен высокими температурами деформации [37]. В некоторых случаях отмечается также формирование текстур рекристаллизации [38].

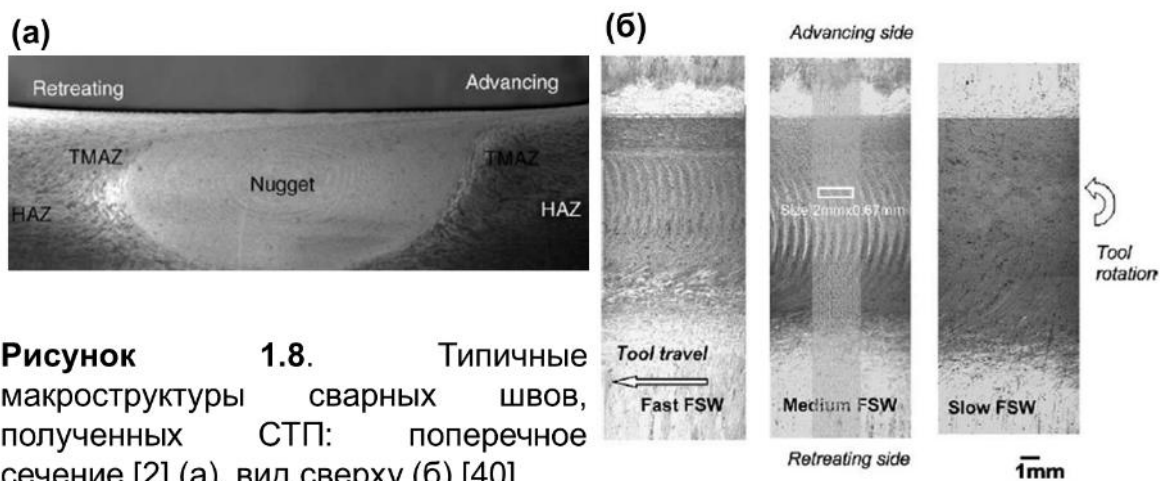
### 1.3. Особенности формирования структуры

#### 1.3.1. Макроструктура

В зонах обработки, образующихся в ходе ОТП, обычно выделяют три макроскопических структурных региона: (1) зону термического влияния, (2) зону термомеханического воздействия и (3) зону перемешивания. В

международной литературе эти микроструктурные области известны как "heat affected zone (HAZ)", "thermo-mechanical zone (TMAZ)" и "stir zone (SZ)", соответственно. Считается, что в зоне термического влияния материал подвергается только термическому воздействию, в зоне термомеханического воздействия - испытывает деформацию при повышенной температуре, а зона перемешивания состоит из материала, который был в непосредственном контакте с вращающимся сварочным инструментом и был "перемешан" в ходе ОТП.

Типичная макроструктура поперечного сечения сварного шва, полученного ОТП, приведена на Рис. 1.8а [2]; на нем обозначены характерные микроструктурные зоны. Видно, что зона перемешивания имеет довольно сложную структуру. В частности, в ней можно выделить две относительно большие части - центральную область (так называемый "nugget") и приповерхностный регион. Считается, что образование этих микроструктурных регионов обусловлено термомеханическим воздействием двух составных частей сварочного инструмента - пина и плечиков (Рис. 1.2), соответственно. Поперечный размер центральной области обычно примерно равен диаметру пина [2].



**Рисунок 1.8.** Типичные макроструктуры сварных швов, полученных ОТП: поперечное сечение [2] (а), вид сверху (б) [40]

Как очевидно из рисунка, центральная область является асимметричной в горизонтальном измерении (Рис. 1.8а). Данный эффект

скорее всего связан с неоднородностью поля температур и неоднородным характером пластического течения на AS и RS, как отмечалось выше.

Внутри центральной области выявляется весьма специфическая структура, напоминающая годовые кольца на поперечном срезе дерева (Рис. 1.8а). В международной литературе подобные структуры известны как "onion rings". В работе [39] было предположено, что формирование этой структуры связано с финальным этапом пластического течения при ОТП, когда слои металла, "срезанные" в результате одного полного поворота пина на  $360^\circ$ , спрессовываются друг с другом, образуя зону обработки.

"Слоистая" структура ОТП-зоны более заметна на виде сверху (Рис. 1.8б). Как было показано в работах [40-42], размер зерен и удельная доля частиц вторичных фаз могут существенно варьироваться от слоя к слою, и это может оказывать существенное влияние на механические свойства обработанных материалов.

### ***1.3.2. Частицы вторичных фаз***

Значительный разогрев материала в ходе ОТП может приводить к коагуляции или даже растворению частиц вторичных фаз в некоторых материалах [43-62]. Данный эффект может способствовать существенной деградации механических свойств. Эта проблема является особенно насущной при ОТП термоупрочняемых алюминиевых сплавов.

Для восстановления механических характеристик, обработанные материалы подвергают старению [48]. Было установлено, однако, что термическая обработка ОТП материалов нередко ведет к аномальному росту зерен [58, 63-66]. Механизм этого нежелательного явления пока до конца не ясен.

Отмечается также, что распределение частиц вторичных фаз внутри ОТП зоны может быть макроскопически неоднородным; в частности, центральная область зоны перемешивания может характеризоваться

минимальным содержанием частиц [54]. Данный эффект, по-видимому, связан с неоднородным полем температур внутри зоны обработки, как отмечалось выше.

С другой стороны, большие деформации, испытываемые материалом в ходе ОТП, также могут оказывать влияние на частицы вторичных фаз. В частности, отмечены случаи измельчения крупных частиц и гомогенизация их пространственного распределения при обработке некоторых литых сплавов [67-70]. В этой связи было даже предложено использовать ОТП в качестве перспективной технологии для гомогенизации микроструктуры слитков [71-73].

### **1.3.3. Микроструктура**

Большие деформации при повышенной температуре, которые испытывает материал в ходе ОТП, ведут также к значительным изменениям зеренной структуры. Считается, что эти изменения в основном имеют место в зоне термомеханического воздействия и в зоне перемешивания (Рис. 1.8а).

Микроструктуре, сформировавшейся в зоне термо-механического воздействия, уделяется относительно мало внимания в научной литературе. Известно только, что зерна в этой области значительно вытягиваются, ориентируясь примерно параллельно зоне перемешивания [2]. Считается, что материал в этом микроструктурном регионе испытывает большую сдвиговую деформацию, и изменение морфологии зерен объясняется геометрическим эффектом деформации. Также полагается, что внутри вытянутых зерен формируется развитая субструктура [2].

В зоне перемешивания деформация и температура достигают своих наивысших значений. Соответственно, наиболее кардинальные изменения структуры также приходятся на эту зону и, как следствие, именно она вызывает наибольший интерес исследователей. Интенсивные исследования, проводившиеся в этой области, показали, что в ходе ОТП



обычно имеет место значительное измельчение микроструктуры [71-114]. В некоторых случаях отмечено даже формирование структур со средним размером зерен порядка 100 нм [93, 97]. Микроструктуры, образующиеся в зоне перемешивания, обычно характеризуются равноосной морфологией зерен, а также относительно высокой долей большеугловых границ и спектром разориентировок, близким к произвольному [28, 54, 58, 66, 99, 109]. Плотность дислокаций, как правило, является относительно низкой [81, 83, 90, 94, 98-99, 107, 110]. Все эти микроструктурные признаки свидетельствуют о протекании рекристаллизации в ходе ОТП.

В ряде работ [32, 55, 76] было предположено, что рекристаллизация протекает по механизму "in situ", в соответствии с которым формирование новых зерен происходит в ходе постепенного превращения малоугловых границ в большеугловые. Однако убедительных доказательств этой гипотезы пока нет. С другой стороны, в работах [74, 93] было показано, что новые зерна, сформировавшиеся в зоне перемешивания, могут испытывать последующий существенный рост; а это уже является косвенным признаком рекристаллизации по механизму образования и роста зародышей. Таким образом, процесс формирования микроструктуры в ходе ОТП до конца не ясен. Учитывая многостадийный характер пластического течения, как показано на Рис. 1.6, можно предположить, что процесс эволюции структуры также может быть достаточно сложным. Кроме того можно предположить, что он также должен существенно зависеть от природы обрабатываемого материала.

В работе [33] было продемонстрировано, что размер зерен в зоне перемешивания может также существенно меняться в зависимости от параметров обработки. В частности, было показано, что средний размер зерен возрастает при увеличении скорости вращения инструмента или при уменьшении скорости его горизонтальной подачи. Этот эффект скорее всего связан с соответствующим ростом температуры, как отмечалось

выше. Таким образом, процесс эволюции структуры является также чувствительным и к параметрам ОТП.

В некоторых исследованиях показано, что микроструктура внутри зоны перемешивания может быть неоднородна. В частности, образование относительно мелкозернистой микроструктуры отмечено в приповерхностной [75, 79, 92] и нижней [92, 113] частях зоны обработки. Предполагается, что данный эффект может быть обусловлен макроскопической неоднородностью пластического течения при ОТП, а также неоднородностью поля температур внутри деформационной зоны, как отмечалось в предыдущих разделах.

Вследствие формирования мелкозернистой структуры с высоким содержанием большеугловых границ, материал после ОТП нередко демонстрирует отличные сверхпластические свойства [64, 66, 73, 77-78, 85-86, 88, 98-100, 109, 112, 114]. Следует отметить при этом, что аномальный рост зерен, который нередко имеет место в подобных материалах [58, 63-66], может существенно ухудшить характеристики сверхпластичности.

#### **1.4. Мотивация данного исследования**

##### ***1.4.1. Ограниченность современных представлений о пластическом течении и эволюции микроструктуры в ходе ОТП***

Несмотря на успехи, достигнутые при изучении процессов пластического течения и формирования микроструктуры в ходе ОТП, в этой области исследований есть еще ряд нерешенных проблем. Наиболее острыми из них, на взгляд автора, являются следующие:

(1) *Кристаллографический анализ пластического течения.* До сих пор основные закономерности процесса пластического течения в ходе ОТП выявлялись, в основном, при помощи метода трассеров и компьютерного моделирования. Более широкое использование

текстурного анализа для этой цели способно перевести исследования на качественно новый фундаментальный уровень.

(2) *Эволюция микроструктуры.* Подавляющее большинство микроструктурных исследований, выполненных к моменту начала диссертационной работы, было сосредоточено в зоне перемешивания. Авторы этих работ строили гипотезы о возможных механизмах формирования структуры путем анализа *конечной* структуры, сформировавшейся в этом микроструктурном регионе. Однако, учитывая сложность и многостадийность термомеханического процесса, который в реальности представляет собой ОТП, эти гипотезы представляются излишне упрощенными. Желательно проведение прямого эксперимента, который мог бы иллюстрировать микроструктурные изменения на каждом отдельном этапе пластического течения.

(3) *Материал исследования.* Подавляющее большинство микроструктурных исследований в ОТП области было выполнено на алюминиевых сплавах. Существует, однако, значительная потребность в адаптации ОТП технологии для обработки и других материалов. В этой связи есть большой практический и научный интерес к изучению структурного поведения материалов с иным типом кристаллической решетки и энергией дефекта упаковки. Особенный интерес представляют материалы, которые могут испытывать фазовые превращения в ходе ОТП, например, стали и титановые сплавы.

(4) *Методы аттестации микроструктуры.* Микроструктурные исследования в ОТП области в основном осуществляются посредством оптической микроскопии и, реже, растровой и просвечивающей электронной микроскопии. Более широкое использование метода автоматического анализа картин дифракции обратно-рассеянных электронов (EBSD) для этой цели способно перевести аттестацию микроструктуры на качественно иной, фундаментальный уровень.

(5) *Аномальный рост зерен.* Этот нежелательный эффект представляет собой одну из наиболее существенных проблем в области ОТП. Он препятствует получению равнопрочных швов в термоупрочняемых алюминиевых сплавах и может значительно ухудшить сверхпластические характеристики ОТП-материалов.

#### **1.4.2. Постановка цели и задач исследования**

Данная работа была нацелена на восполнение указанных выше пробелов. **Целью** данного диссертационного исследования являлось *выявление 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  $\sim 160$  мДж/м<sup>2</sup> в чистом алюминии до  $\sim 20$  мДж/м<sup>2</sup> в аустенитной стали и латуни) и фазовым строением (однофазные материалы и сплавы, испытывающие 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 металлических материалах. 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.

## ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЙ

### 2.1. Материалы исследования

Как было отмечено в предыдущей главе, одной из основных задач данной диссертационной работы являлось выявление как можно более общих закономерностей пластического течения и эволюции зеренной структуры в ходе ОТП, а также особенностей этих процессов в различных конструкционных материалах. Учитывая, что в настоящее время в мире известно порядка 10 тыс. сплавов, решение данной задачи "в лоб" представлялось малоперспективным. В этой связи было решено ограничиться изучением влияния типа кристаллической решетки и энергии дефекта упаковки (ЭДУ) на указанные процессы. В данной работе исследовались материалы с гранцентрированной кубической (ГЦК), объемноцентрированной кубической (ОЦК) и гексагональной плотноупакованной (ГПУ) кристаллической решеткой и с ЭДУ, варьировавшейся от 166 мДж/м<sup>2</sup> (технически чистый алюминий) до 21 мДж/м<sup>2</sup> (аустенитная сталь).

Формирование микроструктуры в условиях фазовых превращений, протекающих в ходе ОТП, представляет собой совершенно особый случай. Для его изучения было проанализировано формирование микроструктур и текстур в феррито-мартенситных сталях и титановом сплаве ВТ6.

Химический состав материалов, исследованных в данной работе, приведен в Таблицах 2.1 - 2.7. Поскольку в подавляющем большинстве случаев эти сплавы были зарубежного производства, для их обозначения использована международная маркировка. Во всех таблицах приведено весовое содержание химических элементов.

**Таблица 2.1.** Химический состав исследованных алюминиевых сплавов

	Al	Mg	Cu	Si	Fe	Mn	Cr	Zn	Ti	V	Sc	Zr
AA1050		0,05	0,05	0,25	0,4	0,05	0,05	0,05	0,03	0,05	-	-
1570	ОСНОВА	5,4	-	0,04	0,07	0,37	-	-	0,29	-	0,2	0,09
1575		6,0	-	-	-	0,35	-	-	-	-	0,2	0,1
AA5052		2,2-2,8	0,1	0,25	0,4	0,1	0,15-0,35	0,1	-	-	-	-
AA6016		0,25-0,6	0,2	1,0-1,5	0,5	0,2	0,1	0,2	0,15	-	-	-

**Таблица 2.2. Химический состав исследованных магниевых сплавов**

	Mg	Al	Zn	Zr	Mn	Si	Cu	Ca	Fe	Ni
<b>AZ31</b>		2,5-3,5	1,3-0,7	-	0,2	<0,05	<0,05	<0,04	<0,005	<0,1
<b>ZK60</b>	основа	<0,005	4,8-6,2	0,45-0,8	0,025	-	-	-	-	-

**Таблица 2.3. Химический состав исследованных титановых сплавов**

	Ti	Al	V	Cr	Sn	C	Fe	H	N	O
<b>Grade 2</b>		-	-	-	-	<0,1	<0,3	<0,015	<0,03	<0,25
<b>Ti-6Al-4V</b>	основа	5,5-6,8	3,5-4,5	-	-	<0,08	<0,25	<0,015	<0,05	<0,2
<b>TIMETAL 15.3</b>		3	15,0	3	3	-	-	-	-	<0,13

**Таблица 2.4. Химический состав исследованных медных сплавов**

	Cu	Zn	Pb	Fe
<b>Чистая медь</b>	99,96	-	-	-
<b>Cu-30Zn</b>	основа	30,5	0,003	0,003

**Таблица 2.5. Химический состав исследованных сплавов на основе железа**

	Fe	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Cu	P	S	N
<b>Grade 1</b>		<0,02	-	-	-	<0,2		<0,06	<0,015	<0,015	<0,007
<i>Аустенитные стали</i>											
<b>SUS 304</b>	ОСН ОБВ	0,08	18-20	8-11	-	2,0	1,0	-	<0,045	<0,03	-
<b>SUS 316</b>		0,08	16-18	10-14	2-3	2,0	-	-	<0,045	<0,03	<0,1
<b>S 31254</b>		0,016	19,82	17,78	6,13	0,49	0,48	<0,63	<0,023	<0,001	<0,2
<i>Феррито-мартенситные стали</i>											
<b>DP 590</b>		0,062	0,55	-	-	1,15	0,02	-	<0,045	<0,004	-
<b>DP 980</b>		0,15	0,02	-	0,006	1,5	0,31	<0,02	<0,01	<0,006	-
<i>Мартенситные стали</i>											
<b>12Cr</b>		0,2-0,4	11,5-14,0	<1,0	<0,5	<1,0	<1,5	-	<0,04	<0,04	-

**Таблица 2.6. Химический состав исследованного циркониевого сплава Zircaloy-4**

Zr	Sn	Fe	Cr	Ni	Al	B	Cu	Cd	Co	H
основа	1,2-1,7	<0,12-0,18	<0,05-0,15	<0,07	<0,0075	<0,00005	<0,027	<0,00005	<0,002	<0,0025
Hf	Pb	Mg	Mn	N	Si	Na	Ti	W	U	
<0,02	<0,013	<0,002	<0,005	<0,008	<0,012	<0,002	<0,005	<0,01	<0,00035	

**Таблица 2.7. Химический состав исследованного сплава Inconel 625**

Ni	Cr	Mo	Nb	Fe	C	Mn	Si	Mg	Al	Ti	Co
62,9	21,8	8,9	3,42	2,44	0,01	0,05	0,07	0,01	0,1	0,2	0,1

## 2.2. Методика ОТП

ОТП осуществлялась в автоматическом режиме на горизонтальной сварочной машине, изготовленной фирмой Nitto Seiki. Основные технические характеристики машины приведены в Таблице 2.8.

**Таблица 2.8.** Основные технические характеристики использованной сварочной машины

Максимальное вертикальное усилие, кН	53,0
Максимальное горизонтальное усилие, кН	22,6
Мощность, кВт	22
Допустимый диапазон скоростей вращения сварочного инструмента, об/мин	100-3000
Допустимый диапазон горизонтальной подачи сварочного инструмента, мм/с	0,3-166,6

Особенностью данной машины являлось то, что она была пригодна для ОТП материалов с относительно высокой температурой плавления, включая сплавы на основе меди, титана, циркония и никеля, а также сталей.

**Таблица 2.9.** Использованные режимы ОТП различных материалов

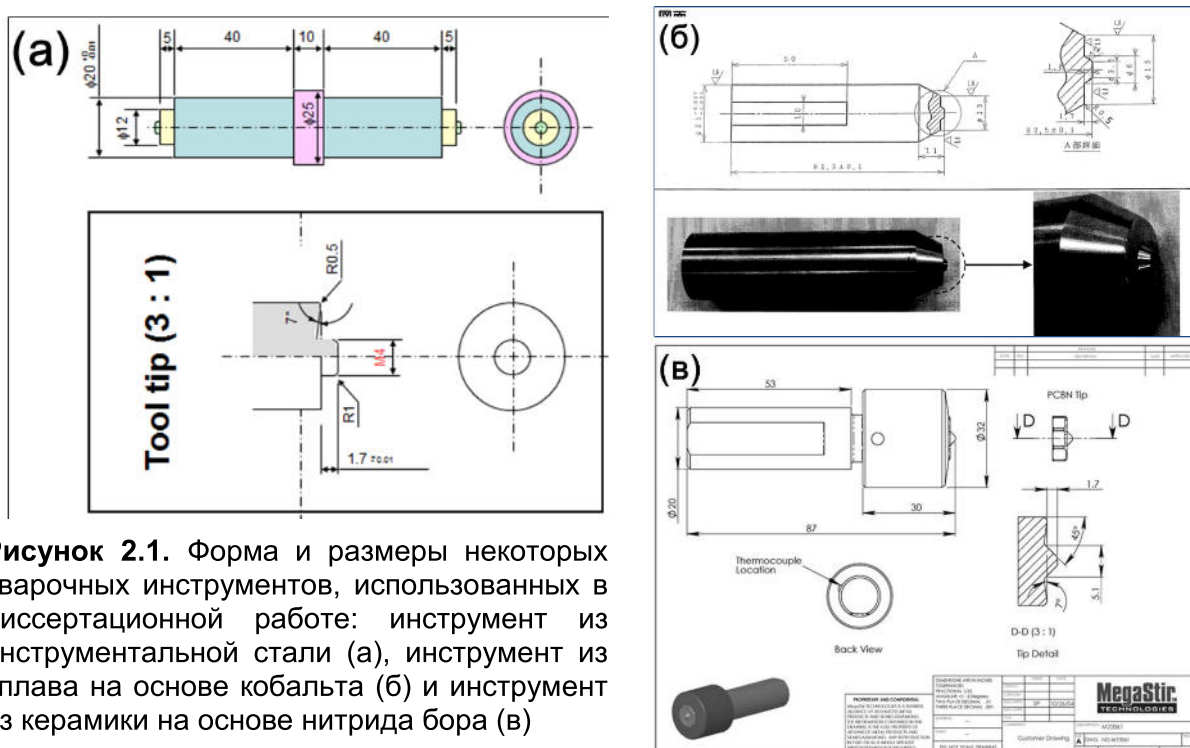
Сплав	Скорость вращения инструмента, об./мин	Скорость обработки, мм/мин	Сплав	Скорость вращения инструмента, об./мин	Скорость обработки, мм/мин
<i>Алюминиевые сплавы</i>			Чистая медь	200, 300, 400, 500, 600, 800, 1000	120
AA1050	200, 500, 1000, 2000, 3000	600	Cu-30Zn	200, 300, 400, 500, 600	120
AA5052	1000, 2000, 3000	600	<i>Сплавы на основе железа</i>		
AA6016	2000, 2500, 3000	600	Чистое железо	200	60
1570	500	75	SUS 304	200, 300, 400, 600	60
1575C	500	150	SUS 316	600	50
<i>Магниевые 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

Параметры обработки, использованные для ОТП различных материалов, приведены в Таблице 2.9. Обработка алюминиевых, магниевых и медных сплавов осуществлялась в воздушной атмосфере при помощи сварочного инструмента из обычной инструментальной стали.



ОТП титановых и циркониевых сплавов, а также сталей проводилась в защитной среде аргона. В этих случаях использовались инструменты из керамики или из сплавов на основе молибдена и кобальта. Форма и размеры некоторых инструментов, использованных в диссертационной работе, приведены на Рис. 2.1.

Во всех случаях при описании процесса обработки использовалась система координат, включающая в себя направление обработки (НО), поперечное направление (ПН) и направление нормали (НН).

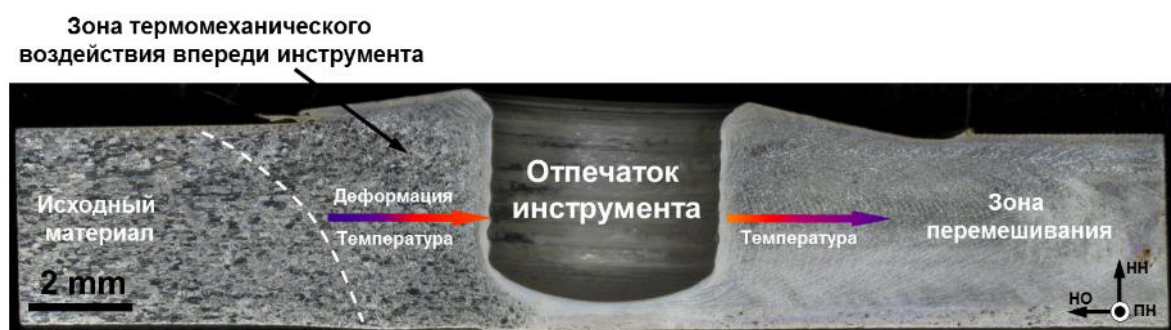


### 2.3. Методики изучения процесса эволюции микроструктуры

ОТП представляет собой очень быстрый и непрерывный процесс. В отличие от большинства методов термомеханической обработки, его невозможно разбить на этапы, различающиеся по степени накопленной деформации. В этой связи исследование эволюции микроструктуры в ходе ОТП представляет собой нетривиальную задачу.

В настоящий момент одним из наиболее лучших решений этой проблемы считается так называемый «stop-action» эксперимент,

предложенный в работах [115, 116]. Его суть заключается в аварийной остановке процесса ОТП и немедленной закалке области, примыкающей к сварочному инструменту. Как показано на Рис. 2.2, в ходе ОТП впереди движущегося инструмента возникает зона термомеханического воздействия. В соответствии с современными представлениями о процессе ОТП считается, что температура и величина деформации в этой зоне плавно возрастают по направлению от исходного материала к инструменту. Более того, по завершении процесса деформации, в зоне перемешивания, температура обработанного материала плавно уменьшается по мере удаления сварочного инструмента. Поэтому считается, что изучение структурных изменений в этих двух областях позволяет получить адекватное представление о характере эволюции микроструктуры как непосредственно в ходе ОТП, так и при последующем охлаждении материала до комнатной температуры.



**Рисунок 2.2.** Иллюстрация «stop-action» эксперимента: фотография продольного сечения материала, сформировавшегося в непосредственной близости от сварочного инструмента. Пунктирная линия обозначает примерную границу зоны термомеханического воздействия. Цветные стрелки показывают изменение деформации и температуры; переход от синего цвета к красному соответствует увеличению деформации и/или температуры.

К сожалению, «stop-action» метод характеризуется двумя существенными недостатками. Во-первых, вследствие инерции процесса, ОТП невозможно остановить мгновенно. Даже в результате аварийного обесточивания сварочной машины, вращающийся инструмент будет еще какое-то время двигаться до своей полной остановки. Данный эффект торможения будет оказывать воздействие на микроструктуру,

формирующуюся возле инструмента, искажая, таким образом, представление о характере её эволюции непосредственно в ходе ОТП.

Во-вторых, «stop-action» эксперимент как правило сопровождается разрушением сварочного инструмента. Это не является большой проблемой при обработке относительно легкоплавких материалов, таких как алюминиевые и магниевые сплавы, поскольку стоимость инструмента в этом случае составляет всего порядка 100 USD. Однако при обработке сталей и титановых сплавов используются инструменты стоимостью ~10 тыс. USD, и цена «stop-action» эксперимента, таким образом, становится очень высокой.



**Рисунок 2.3.** Иллюстрация метода изучения эволюции микроструктуры посредством анализа зоны термомеханического воздействия: фотография поперечного сечения обработанного материала. Пунктирная линия обозначает примерную границу зоны термомеханического воздействия. Цветные стрелки показывают изменение деформации и температуры; переход от синего цвета к красному соответствует увеличению деформации и/или температуры.

В этой связи, для изучения эволюции микроструктуры в ходе ОТП также нередко используется анализ зоны термомеханического воздействия на поперечном сечении обработанного материала, как показано на Рис. 2.3. Переходный характер этой области позволяет отследить постепенное превращение микроструктуры исходного материала в структуру зоны перемешивания и, таким образом, сформировать взвешенное мнение о механизмах, контролирующих этот процесс.

## 2.4. Ориентационная микроскопия (EBSD анализ)

Как показано в главе 1, ОТП процесс характеризуется очень большими градиентами температур, деформаций и скоростей деформации. Как следствие, микроструктура, формирующаяся в зоне обработки, также очень неоднородна. Таким образом, для её адекватного описания, необходима методика, сочетающая в себе возможность проведения локального анализа с большой статистической выборкой исследуемых параметров микроструктуры. В этой связи, в качестве основного инструмента для микроструктурных и текстурных исследований в диссертационной работе был выбран метод ориентационной микроскопии (EBSD-анализ).

Как показано в ряде работы, выполненных, в том числе, автором данной диссертации [117-134], бурное развитие этой принципиально новой разновидности электронной микроскопии за последние ~15 лет сделало возможным её успешное применение для аттестации даже очень сложных структур - нанокристаллических, сильно деформированных, мартенситных и так далее. Метод EBSD интенсивно используется для изучения всех важнейших явлений в физическом материаловедении - пластической деформации, фазовых превращений, рекристаллизации, разрушения, коррозии и прочих. Сочетание большого массива разнообразной информации о структуре и текстуре, получаемой в результате всего лишь одного EBSD сканирования, с большой статистической выборкой измерений позволяет поднять микроструктурный анализ на качественно новый уровень.

В ходе выполнения диссертационной работы подготовка микроструктурных образцов для EBSD обычно осуществлялась с использованием либо электрополировки, либо длительной (до 24 часов) вибро-полировки в коллоидном растворе SiC. EBSD-анализ проводился при помощи программного обеспечения TSL OIM™, установленного на сканирующих электронных микроскопах с полевым катодом Hitachi S-

4300SE или JEOL JSM-7800F. Для получения как можно более объективной информации об исследуемом материале, с каждого образца было получено несколько EBSD карт с различным шагом сканирования; итоговый микроструктурный анализ осуществлялся на основе общей информации со всех съемок. EBSD-сканирование проводилось посредством автоматического перемещения пучка электронов по гексагональной сетке. В целях минимизации ошибки, каждая электронограмма автоматически индировалась по семи или девяти Кикучи-линиям (при анализе кубических или гексагональных металлов соответственно). Доля успешно индированных электронограмм варьировалась от 99% до 100% от их общего числа. Средняя величина коэффициента, характеризующего корректность индирования электронограмм (так называемый “confidence index”, CI [128]), обычно существенно превышала 0,1; считается, что в этом случае доля корректно индированных электронограмм должна превышать 95% [128]. Неиндированные электронограммы, а также электронограммы с низким CI обычно соответствовали областям возле границ зерен. С целью избавления от сомнительных результатов EBSD данные подвергались автоматической корректировке: все мелкие зерна, состоящие из 3 пикселей и меньше, были автоматически удалены с EBSD карт как не внушающие доверия. При вычислении разориентировки из всех кристаллографически эквивалентных её описаний использовалось описание с минимальным углом. Ввиду экспериментальной погрешности EBSD-метода все малоугловые границы с разориентировкой меньше  $2^\circ$  были исключены из рассмотрения. В качестве критерия мало- и большеугловых границ (МУГ и БУГ соответственно) использовалась разориентировка  $15^\circ$ . За исключением специально оговоренных случаев, распределения границ по углам разориентировки приводились по их длине.

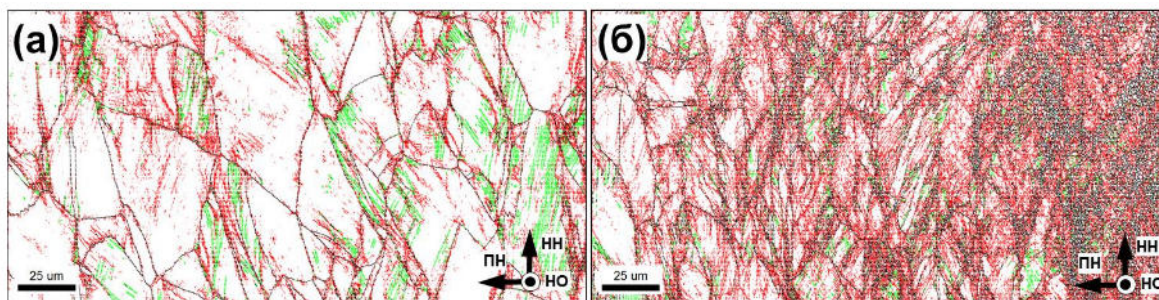
На основе EBSD, автором был разработан ряд методик углубленного анализа микроструктуры, которые из которых приведены в двух последующих разделах.

## **2.5. Анализ спектра разориентировок на основе удельной поверхности границ**

В данном разделе кратко рассмотрен метод анализа спектра разориентировок на основе удельной поверхности границ. Более подробное описание методики приведено в работе [135].

Границы разориентации являются одним из важнейших элементов структуры поликристаллических материалов. Анализ спектра их разориентаций может быть очень важен для более глубокого понимания процессов формирования зеренной структуры. В настоящее время спектр разориентировок обычно описывается на основе *протяженности* границ. В этом случае длина границ с той или иной разориентировкой относится к общей протяженности границ на двумерном шлифе. Следует подчеркнуть, что удельная доля границ, фигурирующая в этом способе анализа спектра разориентировок, является безразмерной величиной. Это удобно при сравнении экспериментальных данных с модельными спектрами - например, произвольным распределением или распределением, выведенным на основе текстуры. Однако в этом случае спектр разориентировок не несет в себе никакой информации о степени *разветвленности* сети границ в структуре. В частности, спектры разориентировок крупно- и мелкозернистого материалов могут быть практически одинаковыми. Это может затруднить адекватную интерпретацию как самой микроструктуры, так и процессов её формирования.

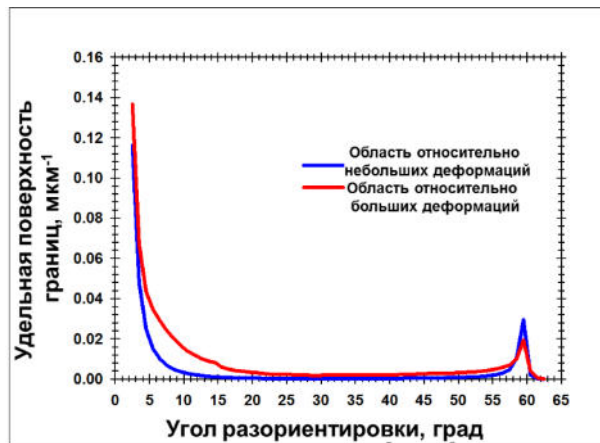




**Рисунок 2.4.** Карты EBSD, иллюстрирующие микроструктуру, сформировавшуюся при ОТП латуни Cu-30Zn в зоне термомеханического воздействия: (а) область относительно небольших деформаций, (б) область относительно больших деформаций. Красные, черные и зеленые линии на EBSD картах соответствуют МУГ, БУГ и двойниковым границам Σ3.

В этой связи представляется целесообразным относить длину границ с той или иной разориентировкой не к общей протяженности границ на шлифе, а к площади шлифа. Получающаяся в этом случае *удельная поверхность* с размерностью  $\text{мкм}^{-1}$  способна, среди прочего, характеризовать разветвленность зернограницной сети в объеме материала.

Для иллюстрации эффективности нового метода, рассмотрим микроструктурные изменения в зоне термомеханического воздействия,



**Рисунок 2.5.** Распределения границ по углам разориентировки, измеренные на основе удельной поверхности границ

сформировавшейся в ходе ОТП латуни Cu-30Zn (Рис. 2.4). Как следует из EBSD карты на Рис. 2.4а, в области относительно небольших деформаций имело место механическое двойникование и формирование малоугловых границ. По мере увеличения накопленной деформации (Рис. 2.4б),

двойниковые границы постепенно исчезали из микроструктуры, плотность МУГ в теле зерен существенно выросла, а вдоль исходных границ имело место формирование мелких равноосных зерен. Механизм формирования этих новых зерен является не вполне понятным.

Для его выявления проанализируем спектры разориентировок обоих исследованных областей, измеренные на основе удельной поверхности границ (Рис. 2.5). На данном рисунке, измельчение микроструктуры проявлялось в виде увеличения удельной поверхности БУГ. Видно, что рост степени деформации сопровождался значительным увеличением удельной поверхности границ в угловом интервале  $5^{\circ}$ - $20^{\circ}$ . Это очевидно означало трансформацию МУГ в БУГ, то есть, *фрагментацию* микроструктуры. С другой стороны, анализ спектра разориентировок выявил более-менее однородное увеличение удельной поверхности границ в диапазоне углов разориентировки  $\sim 20^{\circ}$ - $55^{\circ}$  (Рис. 2.5). Данный эффект был связан с формированием зернограницных языков и их постепенным превращением в рекристаллизационные зародыши, то есть, с *прерывистой рекристаллизацией*. Таким образом, измельчение микроструктуры в исследуемом случае определялось совместным действием двух механизмов: фрагментации и прерывистой рекристаллизации.

## **2.6. Выявление рекристаллизованной структуры посредством EBSD**

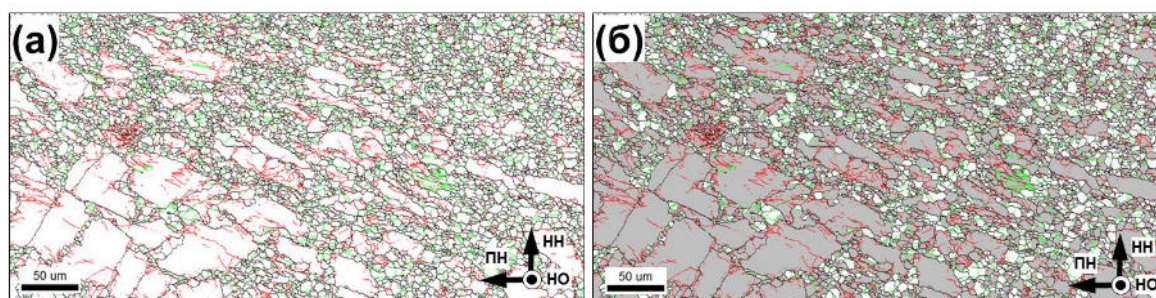
В данном разделе кратко рассмотрен способ выявления рекристаллизованной структуры посредством EBSD. Более подробное описание методики приведено в работе [133].

При анализе частично рекристаллизованной структуры одной из основных задач, стоящих перед EBSD, является определение надежного критерия, позволяющего объективно разделить деформированную и рекристаллизованные фазы. Предложенный метод основан на оценке постоянства кристаллографической ориентировки внутри кристаллитов. Наличие развитой субструктуры и внутренних напряжений в деформированных зернах обычно ведет к появлению значительных градиентов ориентации, что и отличает эти кристаллиты от рекристаллизованной структуры. В качестве критического значения,



разграничивающего рекристаллизованную и деформированную фазы, была использована разориентировка в  $2^\circ$ , соответствующая экспериментальной погрешности EBSD.

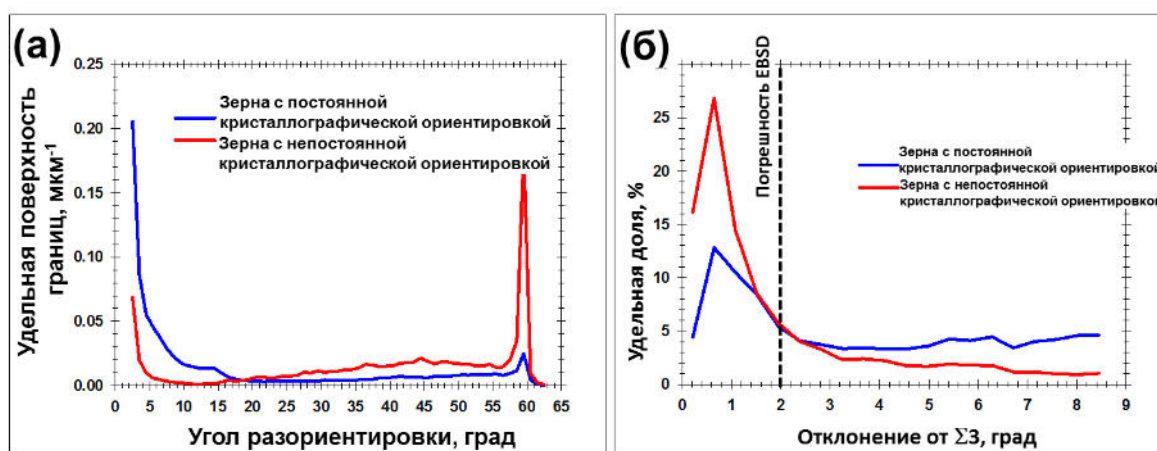
Предложенный метод требует четкого определения понятия зерна, внутри которого должны производиться измерения ориентировки. В диссертационной работе под зерном понимался кристаллит, окаймленный границами с углом разориентировки  $15^\circ$  и выше (то есть БУГ). Для оценки постоянства ориентировки внутри зерен была использована следующая процедура. На основе результатов многократного измерения ориентировки внутри зерен в ходе EBSD сканирования для каждого зерна вычислялась его *средняя ориентация*. Затем определялись разориентировки между ней и каждой точкой, входящей в состав данного зерна. Если *средняя разориентация* не превышала  $2^\circ$  (то есть, находилась в пределах экспериментальной погрешности EBSD), то данное зерно рассматривалось как имеющее постоянную кристаллографическую ориентировку. Если же средняя разориентация была выше этого значения, то принималось, что зерно имеет непостоянную кристаллографическую ориентировку. Данный способ позволял учитывать как близко-, так и дальнедействующие колебания ориентировки внутри зерен.



**Рисунок 2.6.** EBSD анализ частично рекристаллизованной микроструктуры, сформировавшейся при ОТП латуни Cu-30Zn: (а) «обычная» EBSD карта, на которой красными, черными и зелеными линиями показаны МУГ, БУГ и двойниковые границы  $\Sigma 3$  соответственно, (б) EBSD карта той же самой микроструктурной области, на которой зерна с постоянной кристаллографической ориентировкой показаны белым цветом, а зерна с непостоянной кристаллографической ориентировкой – серым. Подробности приведены в разделе 2.6.

На Рис. 2.6а приведена EBSD карта частично рекристаллизованной микроструктуры, сформировавшейся в ходе ОТП латуни Cu-30Zn. На карте видна характерная «структура ожерелья», в которой мелкие равноосные зерна образуются по границам крупных вытянутых зерен. На Рис. 2.6б представлена вычисленная EBSD карта, где зерна с постоянной и непостоянной кристаллографической ориентировкой окрашены белым и серым цветом соответственно. Как и ожидалось, мелкие равноосные зерна на Рис. 2.6б как правило характеризовались постоянной кристаллографической ориентировкой, то есть, являлись рекристаллизованными. Данный факт свидетельствует в пользу дееспособности предложенного метода.

Анализ характера субграниц, сформировавшихся внутри зерен, также может быть очень полезен при выявлении рекристаллизованной структуры. В этой связи уместно рассмотреть спектры разориентировок, характерные для зерен с постоянной и непостоянной кристаллографической ориентировкой.



**Рис. 2.7.** Распределение границ по углам разориентировки (а) и распределение двойниковых границ по отклонениям от идеальной разориентировки  $\Sigma 3$  (б) для зерен с постоянной и непостоянной внутренней ориентировкой.

Соответствующие распределения границ по углам разориентировки приведены на рис. 2.7а. Следует отметить, что на оси ординат графиков отложена *удельная поверхность* границ. Как следует из рисунка, подавляющее большинство МУГ было сосредоточено в зернах с

непостоянной кристаллографической ориентировкой. Это свидетельствует в пользу их принадлежности к деформированной фазе. С другой стороны, спектр разориентировок границ зерен с постоянной кристаллографической ориентировкой характеризовался острым пиком в районе  $60^\circ$ , обусловленным повышенным содержанием двойниковых границ  $\Sigma 3$ . Отклонения экспериментально измеренной разориентировки на этих двойниковых границах от идеальной  $\Sigma 3$  в основном находились в пределах экспериментальной погрешности EBSD (Рис. 2.76). Иными словами, границы двойников не являлись искаженными деформацией. Таким образом, эти двойники представляли собой двойники отжига, а не механические двойники. Известно, что рекристаллизация в латуни обычно сопровождается формированием двойников отжига. В этой связи, повышенное содержание этих двойников в зернах с постоянной кристаллографической ориентацией свидетельствует об их принадлежности к рекристаллизованной структуре. Таким образом, анализ спектров разориентировок в целом подтверждает пригодность использованного EBSD метода для выявления рекристаллизованной структуры.

## **ГЛАВА 3**

### **ОСОБЕННОСТИ ПЛАСТИЧЕСКОГО ТЕЧЕНИЯ ПРИ ОТП**

Как следует из обзора литературных данных, изложенных в первой главе, к началу данной диссертационной работы преобладало мнение, что массоперенос в ходе ОТП осуществляется вращающимся пином. С другой стороны, отдельные работы по компьютерному моделированию процесса показывали, что в верхней части деформационной зоны значительную роль в пластическом течении могут также играть и плечики. С целью совершенствования фундаментальных представлений о пластическом течении в ходе ОТП, в данной главе систематически проанализирована текстура, сформировавшаяся в ОТП-зоне.

В качестве материала исследования был выбран магниевый сплав AZ31 (Таблица 2.2). Общепринято считать, что дислокационное скольжение в магниевых сплавах в основном осуществляется только по базисной плоскости, и таким образом, образующиеся текстуры должны быть относительно простыми для интерпретации.

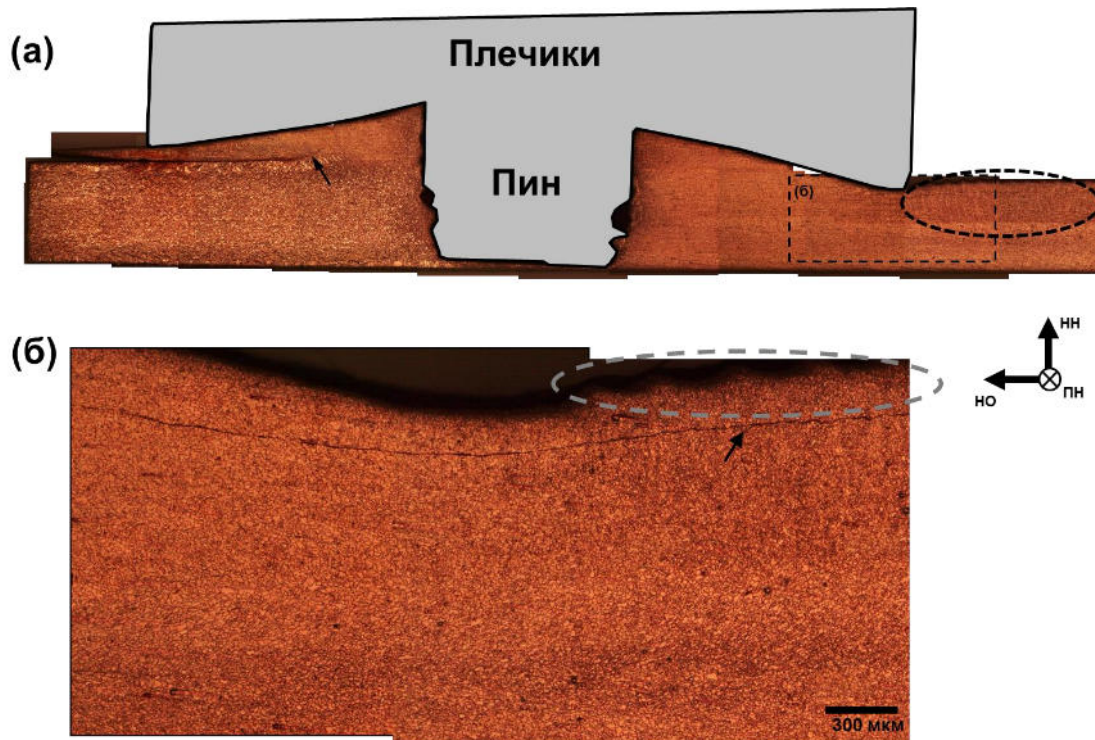
Учитывая предполагаемый неоднородный характер пластического течения при ОТП, в качестве инструмента для проведения исследований был выбран EBSD. Этот метод позволяет осуществлять локальный текстурный анализ и, таким образом, представляется особенно удобным в условиях неоднородности текстуры внутри образца.

Для изучения процесса пластического течения в ходе ОТП был использован так называемый "stop action" метод [115,116]; его суть описана в разделе 2.3. Подробности эксперимента приведены в работе [136].

#### **3.1. Предварительный анализ**

Оптическое изображение макроструктуры, сформировавшейся поблизости от сварочного инструмента, приведено на Рис. 3.1а. Видно, что материал, непосредственно примыкающий к инструменту, довольно

хорошо воспроизводит его форму. Это косвенно свидетельствует о том, что пластическое течение существенно зависит от дизайна используемого инструмента.



**Рисунок 3.1.** Оптический снимок макроструктуры, сформированной в непосредственной близости от сварочного инструмента при ОТП магниевого сплава AZ31 (а). Выделенный участок микроструктуры показан при большем увеличении на рис. (б). Подробности приведены в разделе 3.1.

Оптический контраст *перед* инструментом является относительно неоднородным; выявляется зона деформации. Эта зона значительно расширяется в направлении к верхней поверхности образца, косвенно свидетельствуя, таким образом, что плечики оказывают существенное влияние на пластическое течение. Особый интерес представляет нарушение сплошности между материалом, находящимся непосредственно под плечиками и материалом исходного листа (указано стрелкой на Рис. 3.1а). Наблюдаемая картина может быть интерпретирована как захват верхнего слоя материала вращающимися плечиками в ходе ОТП.

Макроструктура *позади* инструмента также не является однородной. Верхняя часть зоны обработки позади края плечиков характеризуется

относительно темным оптическим контрастом (выделено на Рис. 3.1а). Это дает основания предположить, что пластическое течение в этом микроструктурном регионе имело несколько специфический характер. Интересно отметить в этой связи, что толщина ОТП зоны в этой области значительно меньше, чем непосредственно позади пина. Это может свидетельствовать о том, что материал здесь может испытывать дополнительную деформацию от вращающихся плечиков.

Также интересной особенностью макроструктуры в этой области является специфический "волнообразный" рельеф в верхнем слое зоны обработки (выделено на Рис. 3.1б). Расстояние между гребнями "волн" близко к дистанции, проходимой инструментом за один полный оборот (около 300 мкм) и, таким образом, этот рельеф может быть связан с периодическим характером пластического течения при ОТП. Важно отметить, что между этим волнообразным рельефом и остальной частью зоны обработки имеет место разрыв сплошности (указан стрелкой на Рис. 3.1б).

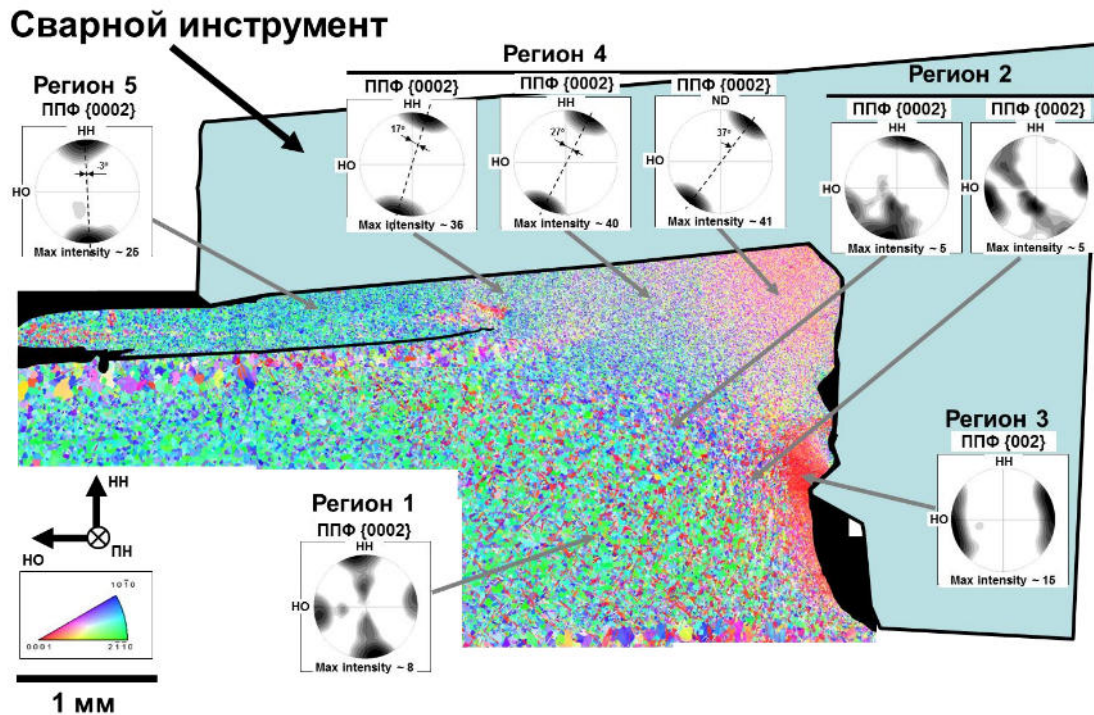
Суммируя все макроструктурные наблюдения, можно выдвинуть следующую гипотезу. При вращении сварочного инструмента в ходе ОТП, плечики захватывают поверхностный слой материала впереди инструмента и затем осаждают его на поверхности зоны обработки, порождая, таким образом, специфический волнообразный рельеф на поверхности обработанного образца. В ходе этого процесса материал в верхней части ОТП зоны испытывает дополнительную (вторичную) деформацию.

### **3.2. Текстура в деформационной зоне перед сварочным инструментом**

Панорамная EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру и текстуру, сформировавшиеся *перед* сварочным инструментом, приведена на Рис. 3.2. Зерна на EBSD карте окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления



обработки (НО); цветовой код ориентировок показан в левом нижнем углу. Исходя из разницы в морфологии структуры и текстуры, на большой EBSD карте было выделено 5 микроструктурных регионов. Прямые полюсные фигуры (ППФ)  $\{0002\}$ , иллюстрирующие микротекстуру в этих областях, также приведены на рисунке.



**Рисунок 3.2.** Панорамная EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру и текстуру, сформировавшиеся перед сварочным инструментом. Зерна на EBSD карте окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления обработки (НО); цветовой код ориентировок показан в левом нижнем углу. Прямые полюсные фигуры (ППФ)  $\{0002\}$  иллюстрируют микротекстуру в различных микроструктурных регионах. Подробности приведены в разделе 3.2.

В Регионе 1 имело место формирование двухкомпонентной текстуры:  $\langle 0001 \rangle // \text{HH}$  и  $\langle 0001 \rangle // \text{HO}$ . Первая из этих компонент представляет собой исходную текстуру прокатки в магниевом листе, при которой плотноупакованные плоскости  $\{0001\}$  ориентированы примерно параллельно плоскости прокатки. С другой стороны, формирование текстурной компоненты  $\langle 0001 \rangle // \text{HO}$  связано с ОТП [29, 31, 33]. Образование этой текстуры означает выравнивание плоскости  $\{0002\}$  с

боковой поверхностью пина. Данный факт свидетельствует о том, что массоперенос осуществляется за счет вращения пина [29].

В Регионе 2 исходная текстура  $\langle 0001 \rangle // \text{HN}$  постепенно разворачивается в направлении сварки. Данный эффект, очевидно, связан с увеличением деформации по мере приближения вращающегося пина.

В Регионе 3 компонента  $\langle 0001 \rangle // \text{HO}$  становится преобладающей в текстуре. Как отмечалось выше, это означает, что пластическое течение в данной области обусловлено вращением пина. Поскольку материал в данном микроструктурном регионе непосредственно контактирует с пином, данный вывод представляется вполне естественным. Уместно отметить значительное (до  $30^\circ$ ) угловое размытие текстуры. Возможная причина этого феномена рассмотрена в разделе 3.3.

Текстура в верхней части деформационной зоны (Регионы 4 и 5) характеризуется тяготением кристаллографической плоскости  $\{0002\}$  к поверхности листа. Из EBSD карты видно, что в этой области имело место существенное измельчение микроструктуры, и поэтому сомнительно, что данный эффект обусловлен сохранением исходной текстуры прокатки. Представляется более вероятным, что имеет место формирование новой, деформационной текстуры, и наблюдаемое выравнивание плоскостей  $\{0002\}$  параллельно поверхности листа обусловлено специфическим характером пластического течения в данной области. Исходя из того, что  $\langle 0001 \rangle // \text{HO}$  текстура в Регионе 3 была обусловлена деформацией, налагаемой вращающимся пином, можно предположить, что формирование текстуры близкой к  $\langle 0001 \rangle // \text{HN}$  было вызвано вращающимися плечиками.

В Регионе 4 кристаллографическое направление  $\langle 0001 \rangle$  занимает промежуточное положение между HO и HN. Можно предположить, таким образом, что пластическое течение в этой области контролировалось комбинированным воздействием пина и плечиков. Данный эффект уже описан в научной литературе [137, 138]. В данном случае это



предположение представляется вполне обоснованным, поскольку материал в Регионе 4 непосредственно контактирует как с пином, так и с плечиками. Более того, видно, что по мере приближения к пину ось  $\langle 0001 \rangle$  все больше отклоняется от НН, приближаясь к НО. Данный факт, вероятно, свидетельствует о том, что соотношение вкладов пина и плечиков в пластическое течение в этой области изменяется в зависимости от положения материальной точки. Это порождает существенный градиент текстур в Регионе 4.

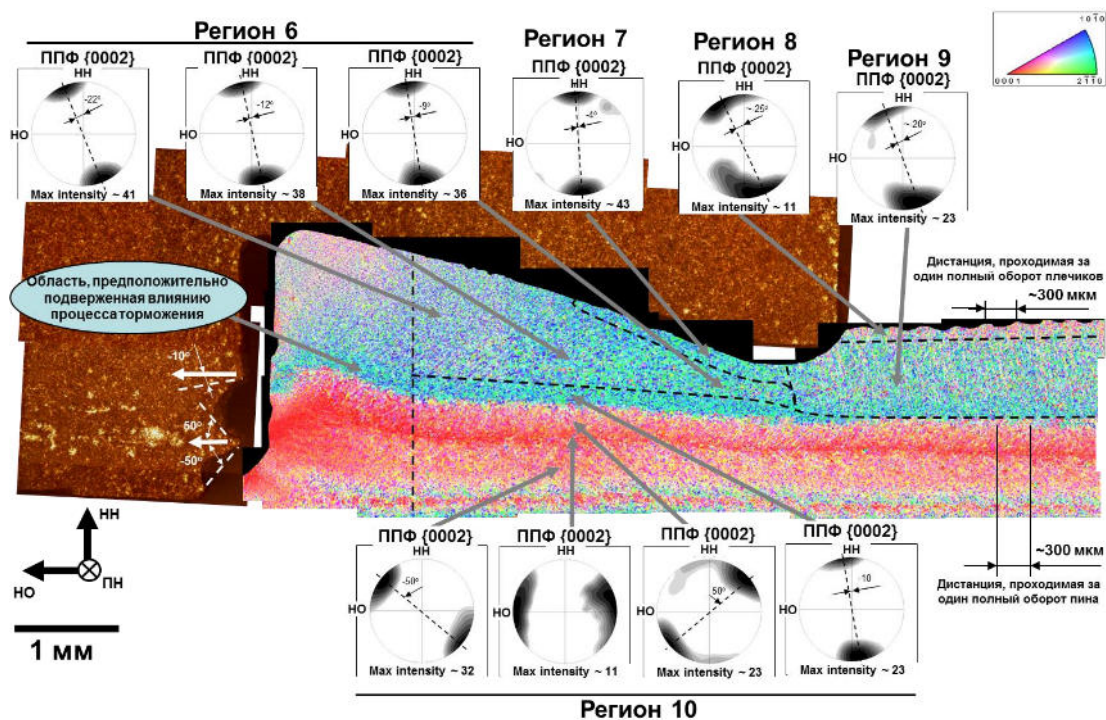
Особый интерес представляет собой текстура в Регионе 5. Исходя из оптического анализа макроструктуры (Рис. 3.1), в предыдущем разделе была выдвинута гипотеза, что материал в этой области захватывается вращающимися плечиками. Непосредственное измерение текстуры показывает, что базовые плоскости  $\{0002\}$  здесь действительно ориентированы примерно параллельно поверхности последних (Рис. 3.2). Это свидетельствует о том, что пластическое течение в этой области контролировалось плечиками.

### 3.3. Текстура в зоне перемешивания

Панорамная EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру и текстуру, сформировавшиеся *позади* сварочного инструмента (то есть, в зоне перемешивания), приведена на Рис. 3.3. Как и на предыдущем рисунке, зерна на этой карте окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно НО; цветовой код ориентировок показан в правом верхнем углу. Исходя из разницы в морфологии структуры и текстуры, на EBSD карте было выделено 5 микроструктурных регионов (от Региона 6 до Региона 10). ППФ  $\{0002\}$ , иллюстрирующие микротекстуру в этих областях, также показаны на рисунке.

Принципиальной особенностью микроструктуры материала в зоне перемешивания является её периодичность, отчетливые признаки которой

можно видеть в её верхней и нижней частях (в Регионах 8 и 10 соответственно). В обоих случаях «длина волны» этой периодичности составляет около 300 мкм, что соответствует дистанции, проходимой сварочным инструментом за один полный оборот вокруг своей оси. В верхней части деформационной зоны эта периодичность очевидно связана с вращением плечиков, как обсуждалось в разделе 3.1. По аналогии, подобный эффект в нижней части зоны перемешивания был, вероятно, обусловлен вращением пина.



**Рисунок 3.3.** Панорамная EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру и текстуру, сформировавшиеся позади сварочного инструмента (то есть, в зоне перемешивания). Зерна на EBSD карте окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления обработки; цветовой код ориентировок показан в правом верхнем углу рисунка. Прямые полюсные фигуры (ПФ) {0002} иллюстрируют микротекстуру в характерных областях зоны перемешивания. Подробности приведены в разделе 3.3.

Важно также отметить, что периодическая картина пластического течения в обоих микроструктурных регионах нарушалась в области, непосредственно примыкавшей к сварочному инструменту. Данное явление было, по-видимому, связано с эффектом экстренного торможения инструмента в ходе аварийной остановки ОТП процесса. Во избежание

ошибочных выводов о характере пластического течения в ходе ОТП, данная область была исключена из рассмотрения.

Микротекстура, сформировавшаяся в Регионах 6 и 7 (Рис. 3.3), фактически является зеркальным отображением текстуры в Регионах 4 и 5 (Рис. 3.2). В частности, микротекстура Региона 6 также характеризуется переходной ориентацией базовой плоскости между поверхностью пина и плечиков (Рис. 3.3). По аналогии с предыдущим разделом, данный эффект, по всей видимости, связан с комбинированным воздействием этих двух составных частей сварочного инструмента на пластическое течение. По мере увеличения расстояния от пина, плоскости  $\{0001\}$  все больше тяготеют к поверхности плечиков (Рис. 3.3), свидетельствуя, таким образом, об увеличении вклада последних в общую деформацию. В Регионе 7 базисная плоскость становится почти параллельной поверхности плечиков (Рис. 3.3), что позволяет предположить, что пластическое течение здесь управлялось именно ими. Этот вывод хорошо коррелирует с оптическими наблюдениями структуры, в соответствии с которыми материал Региона 7 был захвачен плечиками в ходе ОТП (Рис. 3.16).

В Регионах 8 и 9 базисные плоскости также тяготеют к поверхности плечиков, однако угол отклонения увеличивается до  $\sim 10^\circ$ - $20^\circ$  (Рис. 3.3). Выявленная переориентация кристаллической решетки подтверждает гипотезу, что материал в этих двух областях испытал дополнительную (вторичную) деформацию, а выравнивание базисных плоскостей с поверхностью плечиков свидетельствует о том, что эта деформация была обусловлена именно ими.

Отличительной особенностью Региона 10 является наличие четырех различных текстурных слоев (Рис. 3.3). Важно отметить, что ориентация базисных плоскостей в этих слоях изменяется в соответствии с профилем резьбы пина (Рис. 3.3). Данный факт позволяет предположить, что пластическое течение в нижней части зоны обработки контролировалось

пином и в значительной мере зависело от локальных особенностей его дизайна. Также интересно отметить, что, с учетом периодичности пластического течения, упомянутой выше, микротекстура Региона 10 не изменялась существенно с увеличением расстояния от пина (Рис. 3.3). Это позволяет предположить, что, в отличие от верхней части деформационной зоны, материал в этой области не испытывал вторичной деформации.

### **3.4. Выводы по главе**

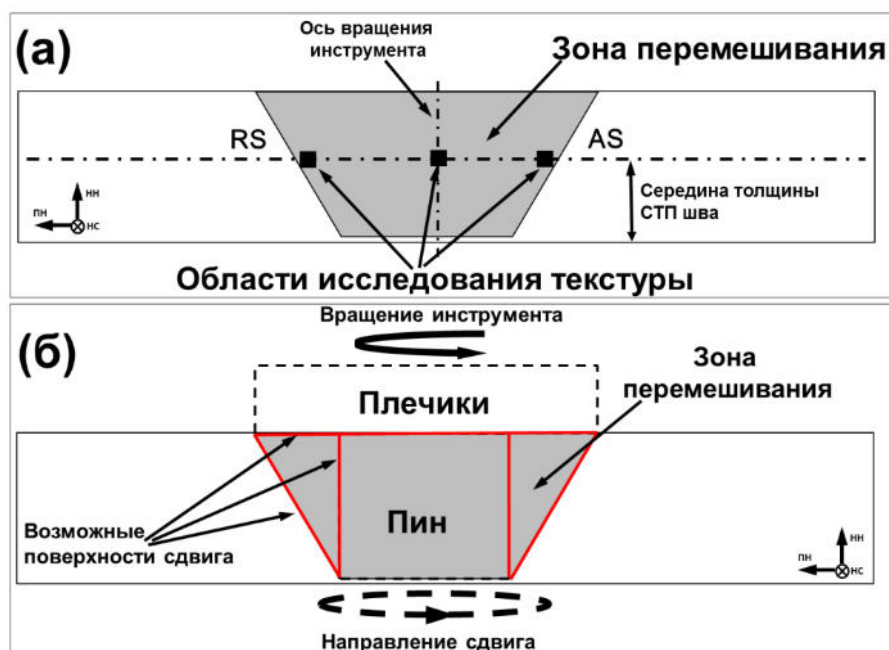
В данной главе диссертации исследовались особенности пластического течения в ходе ОТП. На основе полученных результатов были сформулированы следующие выводы.

1) Пластическое течение и текстура, формируемая в ходе ОТП, в значительной мере определяется дизайном сварочного инструмента. В частности, в верхней части зоны обработки процесс течения контролируется плечиками, а в нижней части – пином. Более того, наличие резьбы на пине также может оказывать существенное влияние.

2) Вследствие особенностей дизайна сварочного инструмента, пластическое течение в верхней части деформационной зоны является очень специфическим. В ходе ОТП поверхностный слой материала исходной заготовки захватывается вращающимися плечиками и затем осаждается на поверхности обработанного материала. В ходе осаждения, верхняя часть зоны обработки подвергается вторичной деформации, при которой может иметь место существенное изменение текстуры. Таким образом, пластическое течение в этой области представляет собой как минимум двустадийный процесс.

## ГЛАВА 4 ТИПИЧНЫЕ ТЕКСТУРЫ, ФОРМИРУЮЩИЕСЯ ПРИ ОТП

К началу данной диссертационной работы анализ текстур, формирующихся в ходе ОТП, был осуществлен только в алюминиевых [27, 28, 32] и магниевых [29, 31] сплавах. В результате этих работ был получен ряд важных результатов, которые кратко рассмотрены в разделе 1.2.5. Однако было не вполне понятно, насколько полученные данные применимы в отношении других материалов. Для восполнения этого пробела в данной главе изучены текстуры, образующиеся в материалах с различной ЭДУ (от 166 мДж/м<sup>2</sup> в чистом алюминии до 21 мДж/м<sup>2</sup> в аустенитной стали) и различным типом кристаллической решетки (ГЦК, ОЦК и ГПУ). Предполагалось, что данное исследование позволит выявить как общие, так и специфические черты текстур, формирующихся в ходе ОТП различных металлических материалов.



**Рисунок 4.1.** Схема, иллюстрирующая участки, на которых исследовалась текстура (а) и схема деформации при ОТП (б). Возможные поверхности сдвига на рисунке (б) выделены красным.

В большинстве случаев текстура исследовалась в трех областях поперечного сечения зоны перемешивания, как схематически показано на

Рис. 4.1а. Текстуальный анализ осуществлялся посредством EBSD. Для обеспечения статистической репрезентативности результатов каждая EBSD карта включала в себя несколько тысяч зерен.

#### 4.1. Идеальные текстуры простого сдвига

К началу диссертационной работы предполагалось, что схема деформации при ОТП близка к простому сдвигу [139]. Идеальные текстуры простого сдвига для решеток ГЦК, ОЦК и ГПУ показаны в Таблицах 4.1 – 4.3 [121] и на Рис. 4.2.

**Таблица 4.1.** Идеальные текстуры простого сдвига для ГЦК металлов [139]

Текстурные компоненты	Описание в индексах Миллера или Миллера-Браве	Описание при помощи углов Эйлера		
		$\varphi_1$	$\Phi$	$\varphi_2$
$A_1^*$	$(111)[\bar{1}\bar{1}2]$	35,3/215.3 125.3/305.3	45 90	0 45
$A_2^*$	$(111)[11\bar{2}]$	144.7/324.7 54.7/234.7	45 90	0 45
$A$	$(1\bar{1}1)[110]$	0	35.3	45
$\bar{A}$	$(1\bar{1}1)[\bar{1}\bar{1}0]$	180	35.3	45
$B$	$(1\bar{1}2)[\bar{1}\bar{1}0]$	0/120/240	54.7	45
$\bar{B}$	$(\bar{1}1\bar{2})[\bar{1}\bar{1}0]$	60/180/300	54.7	45
$C$	$\{001\} <110 >$	90/270 0/180	45 90	0 45

**Таблица 4.2.** Идеальные текстуры простого сдвига для ОЦК металлов [139]

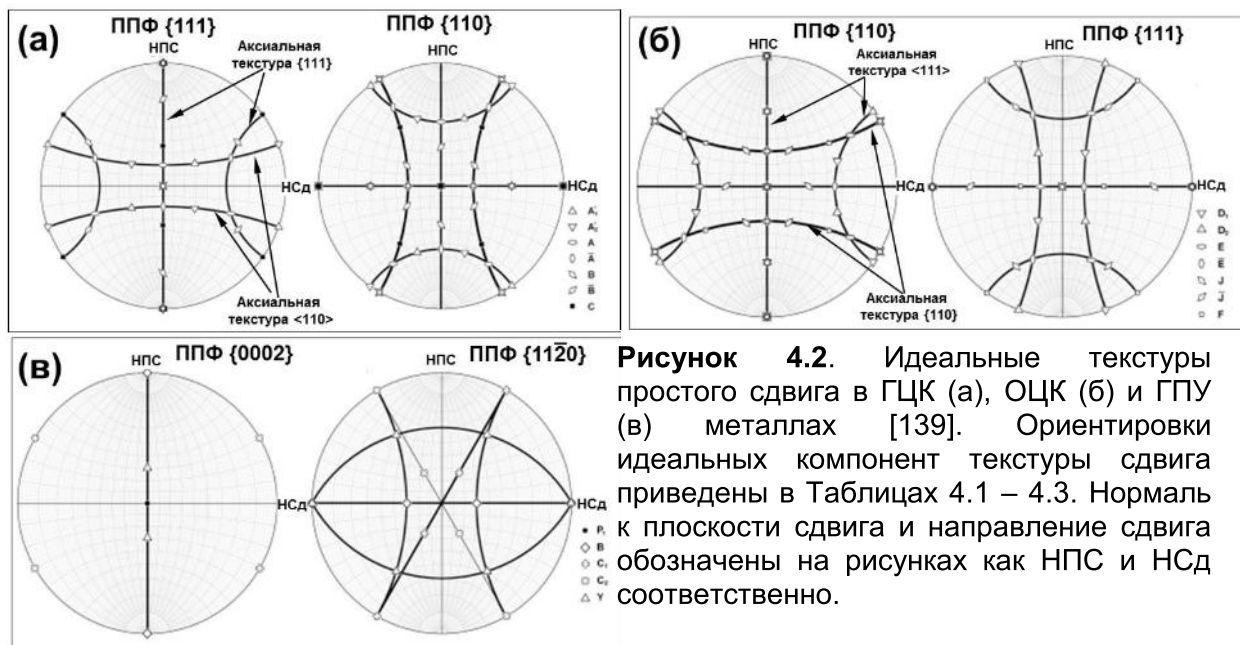
Текстурные компоненты	Описание в индексах Миллера или Миллера-Браве	Описание при помощи углов Эйлера		
		$\varphi_1$	$\Phi$	$\varphi_2$
$D_1$	$(\bar{1}\bar{1}2)[111]$	54.7/234.7 144.7/324.7	45 90	0 45
$D_2$	$(11\bar{2})[111]$	125.3/305.3 35.3/215.3	45 90	0 45
$E$	$(110)[1\bar{1}1]$	90	35.3	45
$\bar{E}$	$(\bar{1}\bar{1}0)[1\bar{1}1]$	270	35.3	45
$J$	$(110)[1\bar{1}2]$	90/210/330	54.7	45
$\bar{J}$	$(\bar{1}\bar{1}0)[\bar{1}1\bar{2}]$	30/150/270	54.7	45
$F$	$\{110\} <001 >$	0/180 90/270	45 90	0 45

Предполагается, что направление сдвига является приблизительно тангенциальным по отношению к сварочному инструменту. Вследствие его вращения в процессе ОТП, направление сдвига непрерывно изменяется и в первом приближении может быть описано в виде окружности, как

показано на Рис. 4.16. Ориентация плоскости сдвига в общем случае является менее очевидной. Согласно представлениям, сложившимся к началу диссертационной работы, последняя должна быть параллельна боковой поверхности пина [27, 29, 31, 33]. Однако, как было показано в предыдущей главе, плоскость сдвига может быть также параллельна поверхности плечиков.

**Таблица 4.3.** Идеальные текстуры простого сдвига для ГПУ металлов [139]

Тектурные компоненты	Описание в индексах Миллера или Миллера-Браве	Описание при помощи углов Эйлера		
		$\varphi_1$	$\Phi$	$\varphi_2$
<i>B</i> – fiber	$\{0002\} \langle uv\bar{t}w \rangle$	0	90	0-60
<i>P</i> – fiber	$\{hkil\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	0	0-90	0
$P_1$	$\{1\bar{1}00\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	0	0	0
<i>Y</i> – fiber	-	0	30	30-60
$C_1$ – fiber	-	60	90	0-60
$C_2$ – fiber	-	120	90	0-60



**Рисунок 4.2.** Идеальные текстуры простого сдвига в ГЦК (а), ОЦК (б) и ГПУ (в) металлах [139]. Ориентировки идеальных компонент текстуры сдвига приведены в Таблицах 4.1 – 4.3. Нормаль к плоскости сдвига и направление сдвига обозначены на рисунках как НПС и НСд соответственно.

Кроме того, вследствие комбинированного воздействия плечиков и пина на пластическое течение, искомая плоскость может занимать промежуточное положение между этими двумя составными частями сварочного инструмента; обычно она является примерно параллельной боковой поверхности зоны перемешивания, как показано на Рис. 4.16. В

международной литературе эта концепция носит название модели усеченного конуса (truncated cone model) [137].

Все экспериментальные текстурные данные проверялись на предмет соответствия каждой из этих трех моделей. С этой целью система координат экспериментальных ППФ разворачивалась вокруг определенных осей с целью выравнивания с предполагаемой геометрией простого сдвига. В качестве искомой выбиралась модель, обеспечивающая наиболее адекватную интерпретацию экспериментальной текстуры.

#### **4.2. ГЦК-металлы с высокой ЭДУ**

В качестве материала исследования для изучения текстур, формирующихся в ходе ОТП ГЦК-металлов с высокой ЭДУ, был выбран алюминиевый сплав AA1050 (Таблица 2.1). Подробности эксперимента описаны в работе [140].

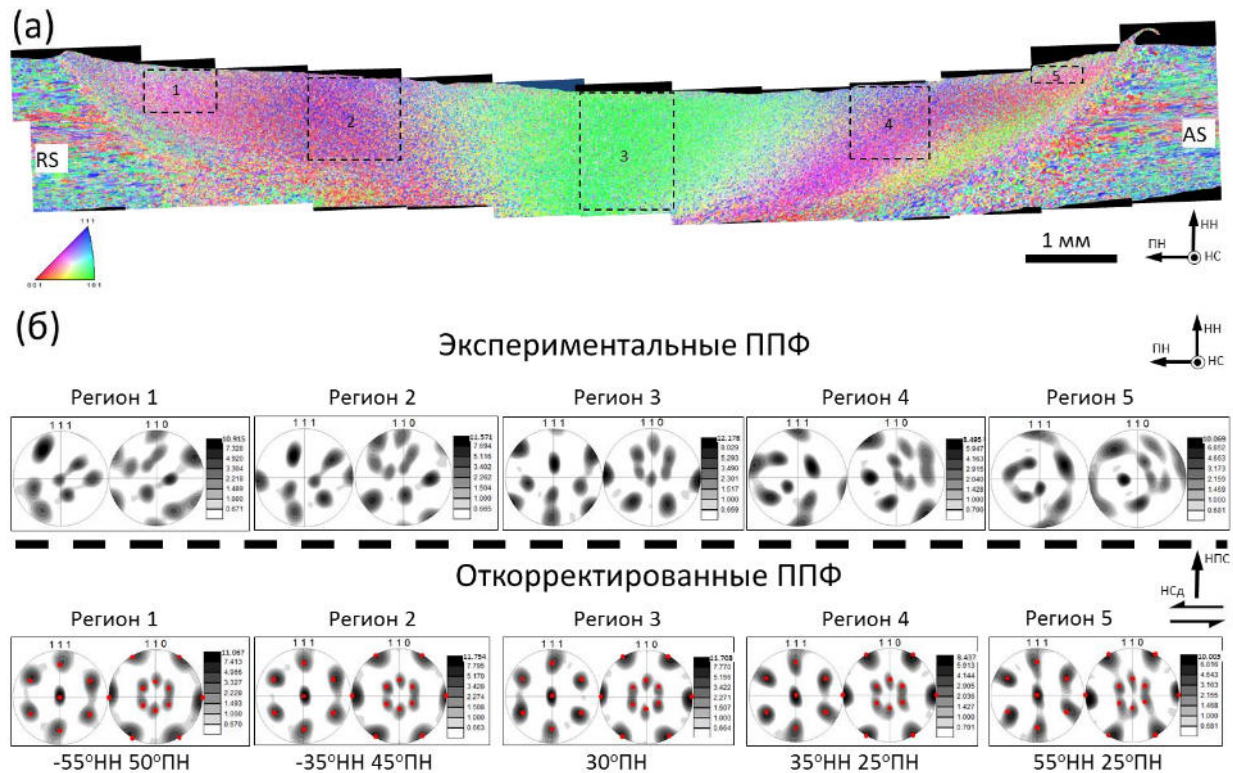
Панорамная EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру поперечного сечения ОТП-зоны, приведена на Рис. 4.3а. На данной карте зерна окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно поперечного направления; цветовой код ориентировок приведен в левом нижнем углу рисунка.

Как очевидно из EBSD карты, преимущественная ориентировка зерен существенно варьируется в поперечном направлении образца. Для иллюстрации этой текстурной неоднородности были вычислены ППФ  $\{111\}$  и  $\{110\}$  в 5 различных областях зоны перемешивания и приведены на Рис. 4.3б. Данные полюсные фигуры построены в той же самой системе координат, что и EBSD карта на Рис. 4.3а, то есть поперечное направление (ПН) горизонтально и направление нормали (НН) вертикально.

Для анализа этих ППФ их, прежде всего, необходимо трансформировать в координатную систему, соответствующую простому



сдвигу, как обсуждалось в предыдущем разделе. В данной работе наиболее адекватные результаты были получены при использовании модели усеченного конуса. ППФ, откорректированные в соответствии с этой моделью, показаны в нижней части Рис. 4.3б; развороты системы координат, использованные для этой корректировки, указаны под полюсными фигурами.

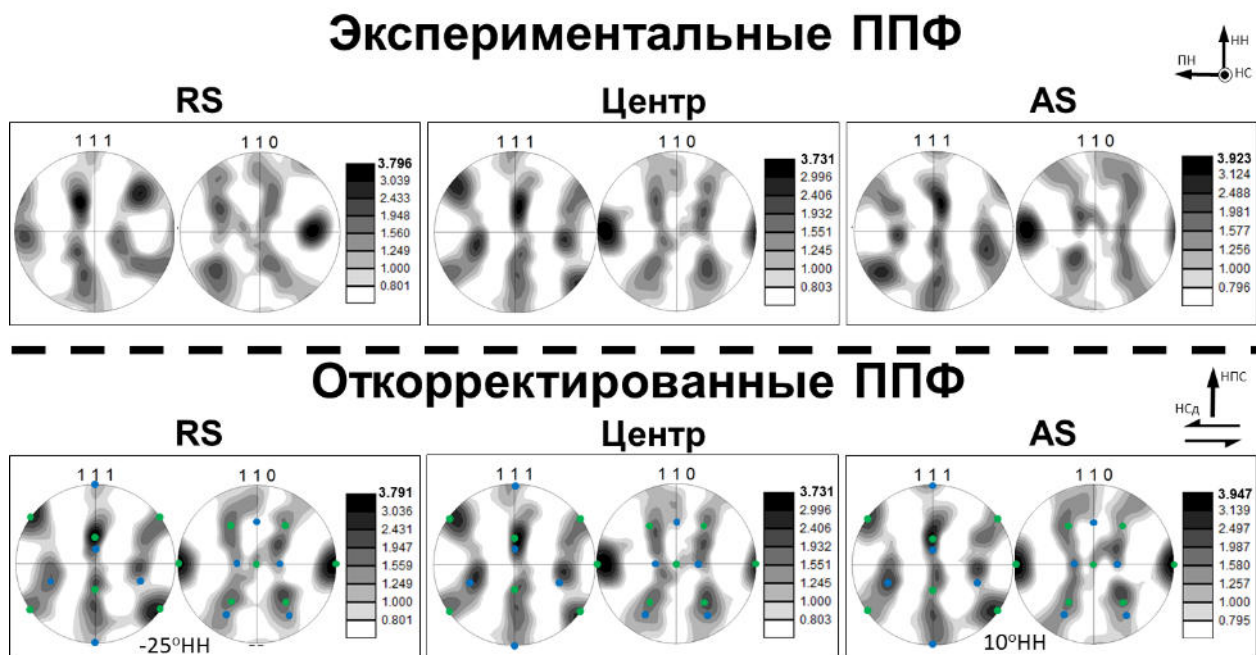


**Рисунок 4.3.** Панорамная EBSD карта, полученная с поперечного сечения алюминиевого сплава AA1050, подвергнутого ОТП (а) и ППФ  $\{111\}$  и  $\{110\}$ , иллюстрирующие текстуру в пяти различных областях зоны перемешивания (б). НН, ПН и НО соответствуют направлению нормали, поперечному направлению и направлению обработки. НПС и НСд обозначают нормаль к плоскости сдвига и направление сдвига соответственно. Красные кружки на откорректированных ППФ обозначают ориентировки  $B/\bar{B}\{112\} <110>$  идеальной текстуры простого сдвига.

Как следует из сопоставления с идеальными текстурами простого сдвига (Рис. 4.2а), преимущественную кристаллографическую ориентировку в СТП алюминия можно описать в рамках суперпозиции  $B/\bar{B}\{112\} <110>$  компонент текстуры простого сдвига (Таблица 4.1). Данный результат прекрасно согласуется с литературными данными [27,30,32].

### 4.3. ГЦК-металлы с умеренной ЭДУ

В качестве материала исследования для изучения текстур, формирующихся при ОТП ГЦК-металлов с умеренной ЭДУ, была выбрана чистая медь (Таблица 2.4). ЭДУ этого материала составляет  $78 \text{ мДж/м}^2$ . При корректировке данных наиболее адекватные результаты были получены исходя из допущения, что макроскопический сдвиг осуществлялся по плоскости плечиков. Подробности эксперимента описаны в работе [140].

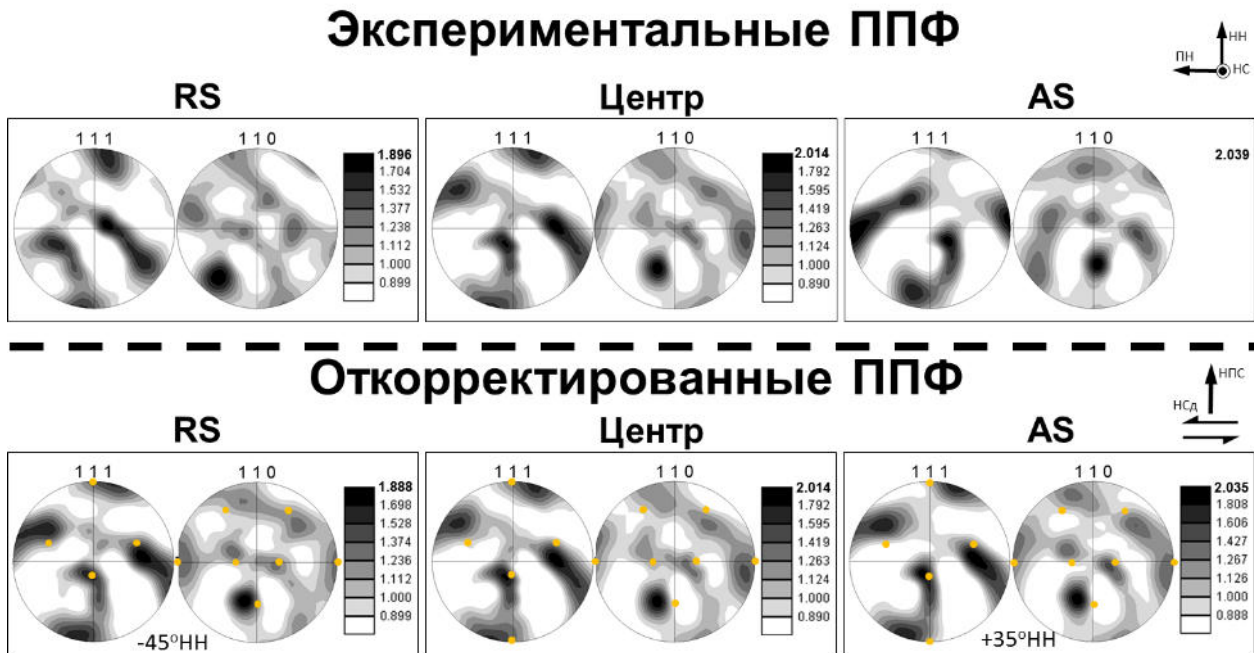


**Рисунок 4.4.** ППФ  $\{111\}$  и  $\{110\}$ , иллюстрирующие текстуру в трех различных областях зоны перемешивания в чистой меди. НН, ПН и НО соответствуют направлению нормали, поперечному направлению и направлению обработки. НПС и НСд обозначают нормаль к плоскости сдвига и направление сдвига соответственно. Зеленые и синие кружки на откорректированных ППФ соответствуют ориентациям С  $\{001\}\langle 110\rangle$  и А  $(1\bar{1}1)\langle 110\rangle$  идеальной текстуры простого сдвига.

Как следует из откорректированных ППФ (Рис. 4.4), сформировавшаяся текстура может быть описана в рамках суперпозиции аксиальной текстуры  $\{111\}$  и текстурных компонент  $A(1\bar{1}1)[110]$  и  $C\{001\}\langle 110\rangle$  идеальной текстуры простого сдвига (Рис. 4.2а, Таблица 4.1). Также следует отметить, что текстура, обнаруженная в меди, существенно слабее, чем в алюминии (Рис. 4.3б и 4.4).

#### 4.4. ГЦК-металлы с низкой ЭДУ

Для исследования текстур, образующихся в ходе ОТП ГЦК-металлов с низкой ЭДУ, были использованы аустенитные стали SUS304, SUS316 и S31254 (Таблица 2.5) и никель-хромо-молибденовый сплав Inconel 625 (Таблица 2.7). ЭДУ этих материалов варьируется от 21 до 29 мДж/м<sup>2</sup>. Подробности экспериментов описаны в работах [141-143].



**Рисунок 4.5.** ППФ  $\{111\}$  и  $\{110\}$ , иллюстрирующие текстуру в трех различных областях зоны перемешивания в супераустенитной стали S31254. НН, ПН и НО соответствуют направлению нормали, поперечному направлению и направлению обработки. НПС и НСд обозначают нормаль к плоскости сдвига и направление сдвига соответственно. Желтые кружки на откорректированных ППФ обозначают ориентировку  $\bar{A}(\bar{1}1\bar{1})[\bar{1}\bar{1}0]$  идеальной текстуры простого сдвига.

Во всех случаях текстуры оказались очень схожими. В этой связи, для иллюстрации типичной текстуры в диссертации приведены только результаты, полученные на стали S31254 (Рис. 4.5). В данном случае корректировка данных осуществлялась исходя из допущения, что плоскость сдвига была параллельна поверхности плечиков.

Как следует из Рис. 4.5, сформировавшаяся текстура представляет собой суперпозицию аксиальных текстур  $\{111\}$  и  $\langle 110 \rangle$  и компоненты

$\bar{A}(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}\bar{1}0]$  идеальной текстуры простого сдвига (Таблица 4.1). Следует отметить очень слабый характер текстуры, максимальная интенсивность которой лишь примерно в два раза превышает уровень фона.

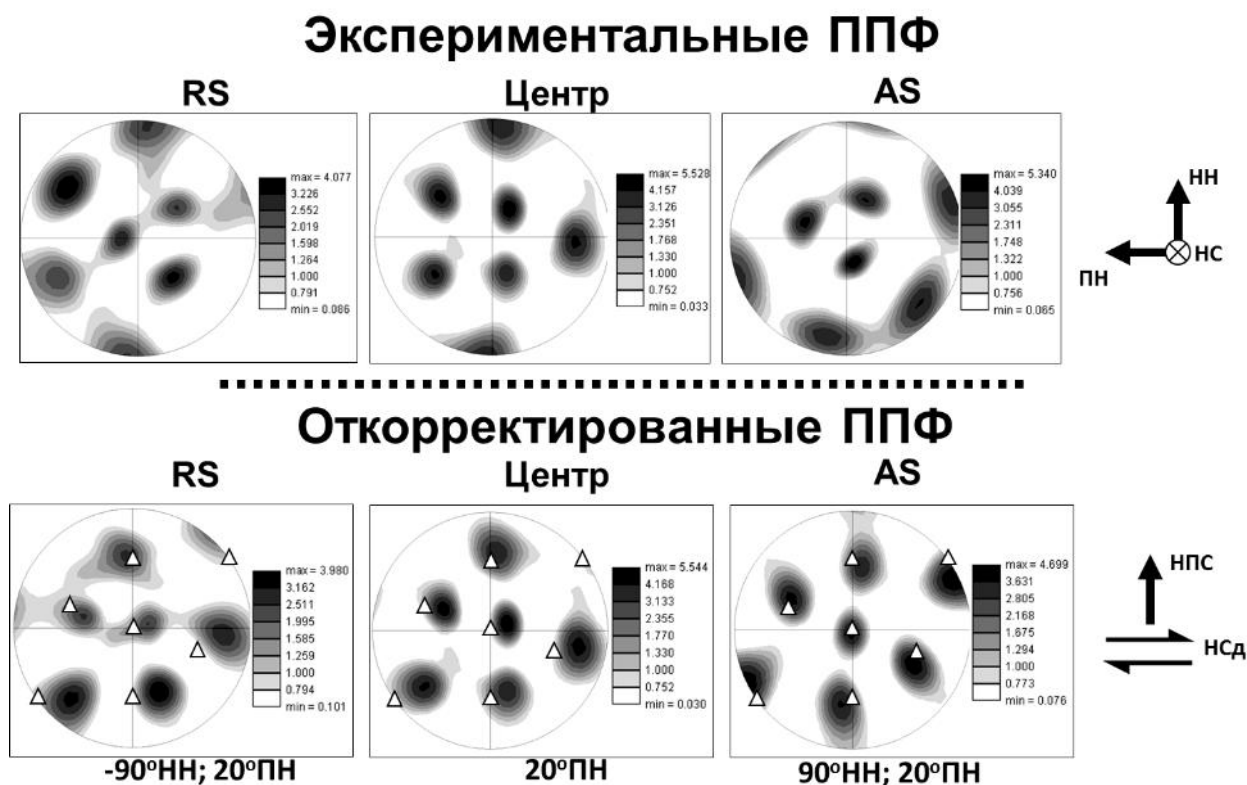
Таким образом, уменьшение ЭДУ ведет к ослаблению текстуры, а также к изменению её типа: на смену  $B/\bar{B}\{112\}\langle 110\rangle$  компонентам приходят компоненты  $A/\bar{A}\{111\}\langle 110\rangle$  в совокупности с аксиальными текстурами  $\{111\}\langle uvw\rangle$  и  $\{hkl\}\langle 110\rangle$ . Как будет показано ниже, формирование относительно слабой текстуры в ходе ОТП металлов с низкой ЭДУ отчасти связано с формированием двойников отжига. Причины изменения типа текстуры являются менее ясными. Переход от текстур типа  $B$  к текстурам типа  $A$  фактически означает, что с макроскопической поверхностью сдвига выравниваются плотноупакованные плоскости скольжения  $\{111\}$ , а не  $\{112\}$ . Данный эффект может быть связан с затруднением поперечного скольжения при уменьшении ЭДУ.

#### 4.5. ОЦК-металлы

Текстуры, формирующиеся при ОТП ОЦК-металлов, изучались на примере чистого железа (Таблица 2.5) и псевдо  $\beta$  титанового сплава ТИМЕТАЛ 15.3 (Таблица 2.3). Для корректировки данных в обоих случаях использовалась модель усеченного конуса. Экспериментальные подробности изложены в работах [138, 144].

Текстуры, сформировавшиеся в зоне перемешивания в железе и  $\beta$  титане, показаны на Рис. 4.6 и 4.7, соответственно. Видно, что в обоих случаях они характеризуются наличием сильной компоненты  $D_2(11\bar{2})[111]$  идеальной текстуры простого сдвига (Таблица 4.2). Как известно, дислокационное скольжение в ОЦК-металлах может происходить как по кристаллографическим плоскостям  $\{110\}$ , так и по  $\{112\}$ . Формирование  $D_2$  текстуры означает выравнивание  $\{112\}$  плоскости с поверхностью

макроскопического сдвига. Исходя из этого, можно предположить, что при ОТП ОЦК-металлов преобладает скольжение по плоскости  $\{112\}$ .



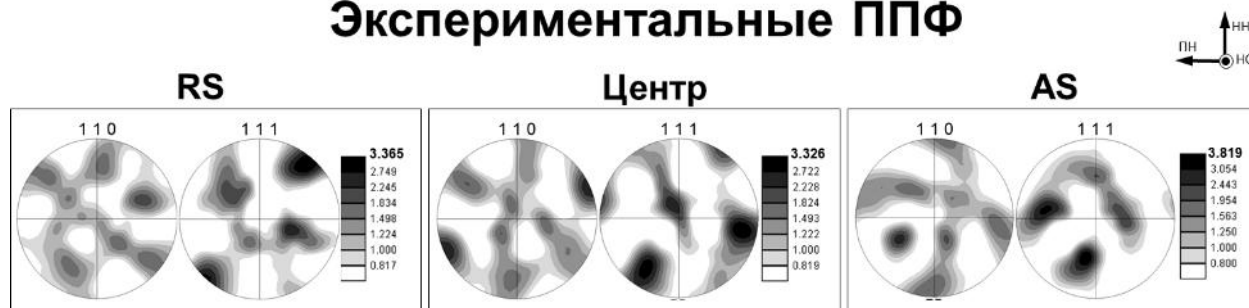
**Рисунок 4.6.** ППФ  $\{110\}$ , иллюстрирующие текстуру в трех различных областях зоны перемешивания в чистом железе. НН, ПН и НО соответствуют направлению нормали, поперечному направлению и направлению обработки. НПС и НСд обозначают нормаль к плоскости сдвига и направление сдвига соответственно. Треугольники на откорректированных ППФ соответствуют компоненте  $D_2$  идеальной текстуры простого сдвига.

Следует отметить, что рассмотренные текстуры существенно различаются. В частности, текстура  $\beta$  титана гораздо слабее и характеризуется наличием аксиальной компоненты  $\langle 111 \rangle$  (Рис. 4.7). Причины этого не вполне ясны.

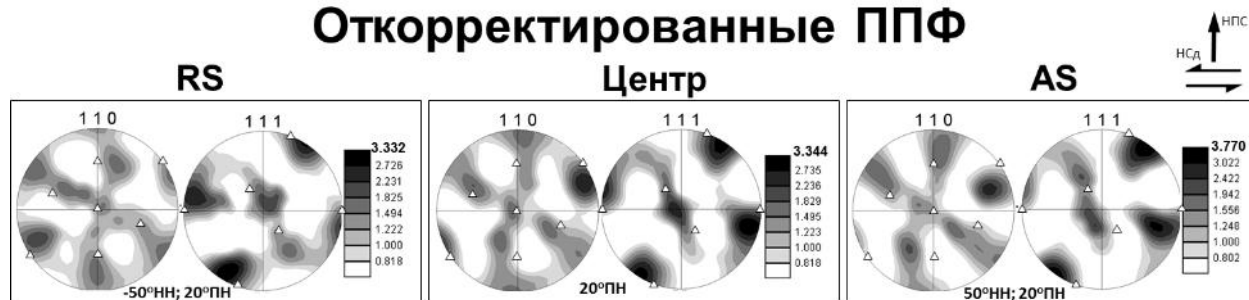
#### 4.6. ГПУ-металлы

Текстуры, образующиеся при ОТП ГПУ-металлов, изучались на примере магниевого сплава ZK60 (Таблица 2.2), технически чистого титана Grade 2 (Таблица 2.3) и циркониевого сплава Zircaloy-4 (Таблица 2.6). Подробности экспериментов изложены в работах [145-147].

## Экспериментальные ППФ



## Откорректированные ППФ



**Рисунок 4.7.** ППФ  $\{110\}$  и  $\{111\}$ , иллюстрирующие текстуру в трех различных областях зоны перемешивания в псевдо  $\beta$  титановом сплаве TiMETAL 15.3. НН, ПН и НО соответствуют направлению нормали, поперечному направлению и направлению обработки. НПС и НСд обозначают нормаль к плоскости сдвига и направление сдвига соответственно. Треугольники на откорректированных ППФ соответствуют компоненте  $D_2$  идеальной текстуры простого сдвига.

Как следует из результатов, представленных на Рис. 4.8, в ходе ОТП магниевого сплава имело место формирование аксиальной текстуры простого сдвига типа  $\{0001\} \langle uvw \rangle$  (так называемая *B-fiber*, Таблица 4.3). Данный результат прекрасно согласуется с литературными данными [29, 31]. Считается, что образование этой текстуры обусловлено преобладанием базисного скольжения [148], что вполне соответствует современным представлениям о пластическом течении в магнии.

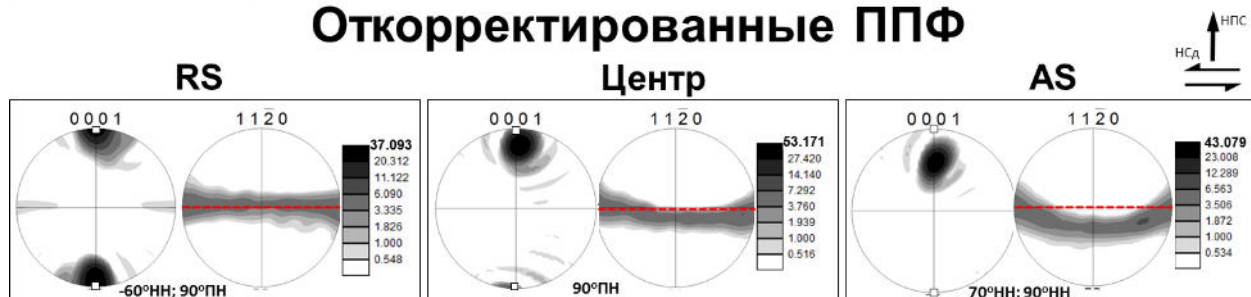
Следует также отметить очень сильный характер сформировавшейся текстуры: её максимальная интенсивность до  $\sim 50$  раз превышала уровень фона (Рис. 4.8). Данный результат согласуется с работой [149], в которой максимальная интенсивность текстуры в СТП магниевого сплава AZ31 до 140 раз превышала уровень фона.



## Экспериментальные ППФ

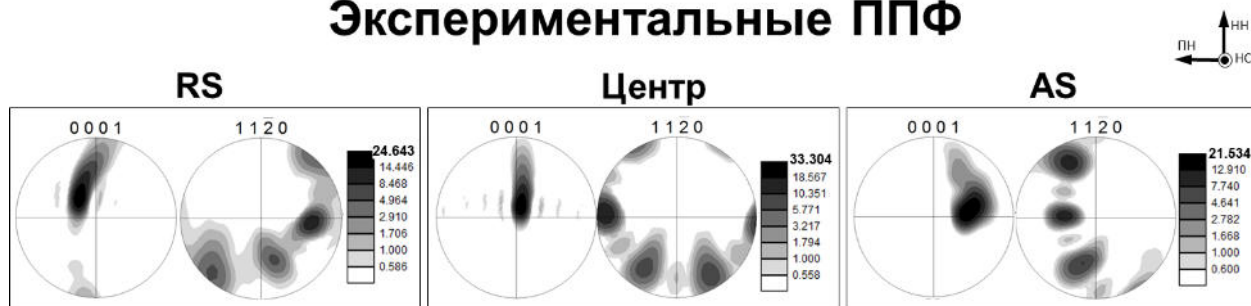


## Откорректированные ППФ

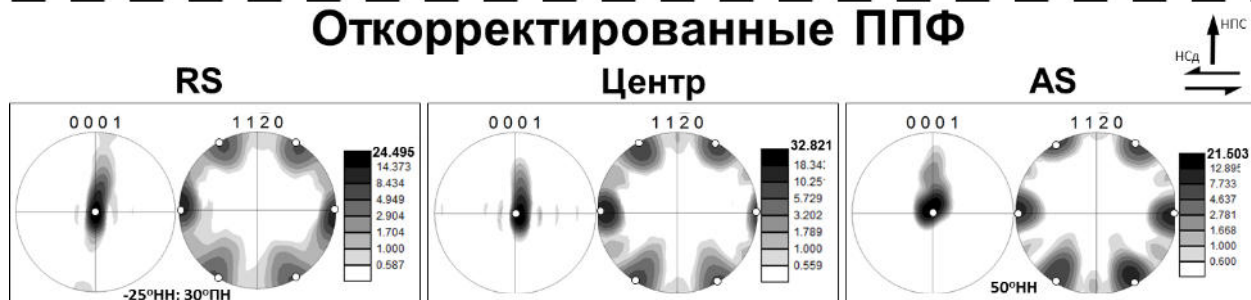


**Рисунок 4.8.** ППФ  $\{0002\}$  и  $\{1120\}$ , иллюстрирующие текстуру в трех различных областях зоны перемешивания в магниевом сплаве ZK60. НН, ПН и НО соответствуют направлению нормали, поперечному направлению и направлению обработки. НПС и НСд обозначают нормаль к плоскости сдвига и направление сдвига соответственно. Белые квадратики и пунктирная линия на откорректированных ППФ обозначают ориентировку  $\{0001\} \langle uvw \rangle$ .

## Экспериментальные ППФ



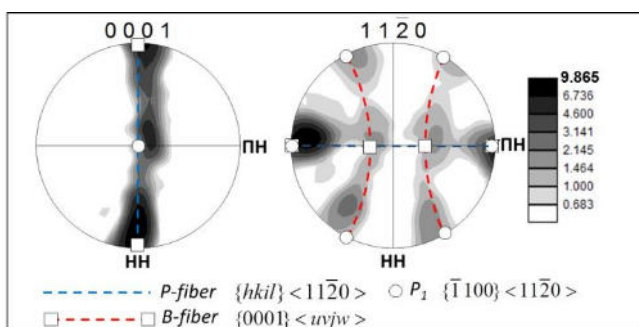
## Откорректированные ППФ



**Рисунок 4.9.** ППФ  $\{0002\}$  и  $\{1120\}$ , иллюстрирующие текстуру в трех различных областях зоны перемешивания в технически чистом титане Grade 2. НН, ПН и НО соответствуют направлению нормали, поперечному направлению и направлению обработки. НПС и НСд обозначают нормаль к плоскости сдвига и направление сдвига соответственно. Белые кружки на откорректированных ППФ обозначают ориентировку  $P_1 \{1\bar{1}00\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ .

Текстура технически чистого титана приведена на Рис. 4.9. Видно, что в текстуре преобладает компонента  $P_1\{\bar{1}00\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$  идеальной текстуры простого сдвига. В соответствии с работой [148], формирование этой текстурной компоненты обусловлено преимущественным скольжением по плоскостям призмы. Данный результат также прекрасно соотносится с общепринятой концепцией деформационного поведения титана. Интенсивность текстуры в данном случае несколько меньше, чем в магнии.

Текстура, образовавшаяся в центральной части ОТП зоны в циркониевом сплаве Zircaloy-4, показана на Рис. 4.10. Как видно из рисунка, текстура представляет собой суперпозицию аксиальных текстур простого



**Рисунок 4.10.** ППФ  $\{0002\}$  и  $\{11\bar{2}0\}$ , иллюстрирующие текстуру в центральной части зоны перемешивания циркониевого сплава Zircaloy-4. НН и ПН соответствуют направлению нормали и поперечному направлению. Подробности приведены в разделе 4.6.

сдвига типа  $\{0001\} \langle uvw \rangle$  и  $\{hkil\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ . Согласно работе [148], последняя текстурная компонента также связывается со скольжением по плоскости призмы. Таким образом, исходя из текстурных данных, можно предположить, что пластическое течение в ходе ОТП циркониевого

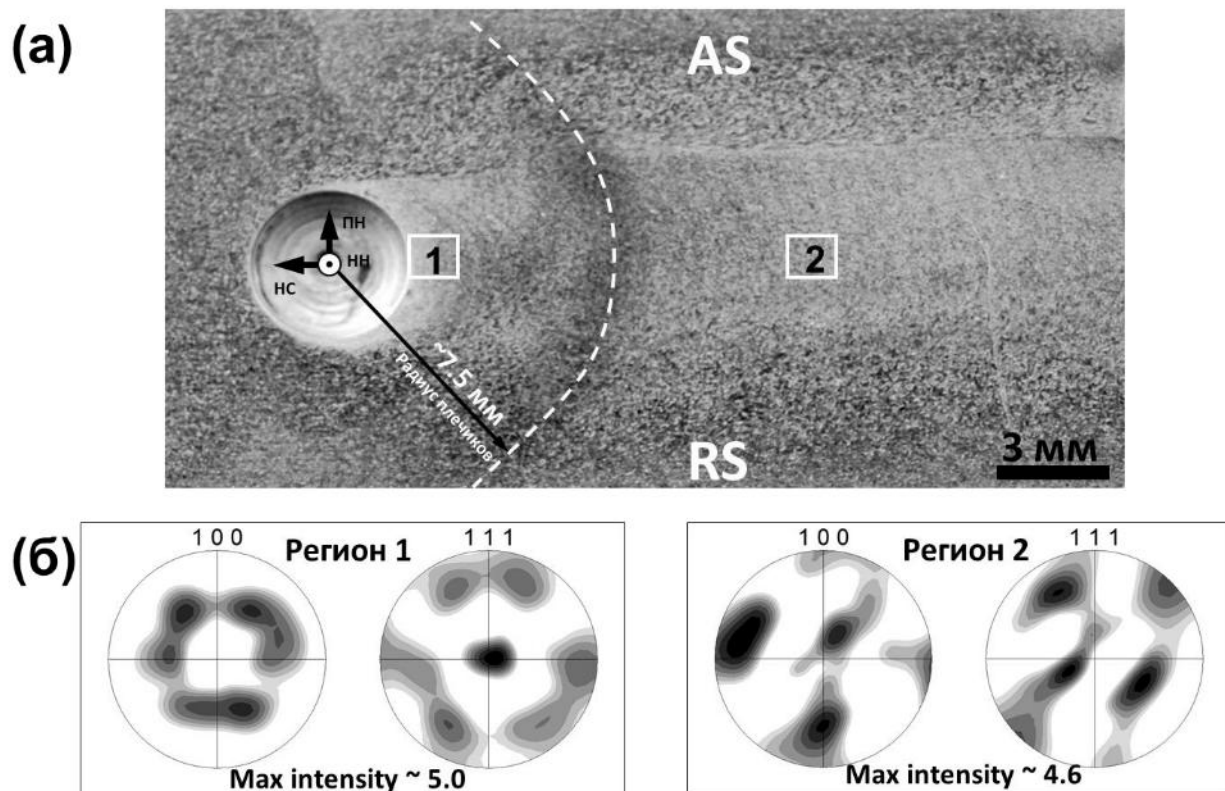
сплава осуществлялось за счет комбинации базисного и призматического скольжения. Уместно отметить, что рост числа задействованных систем скольжения существенно уменьшило интенсивность текстуры, которая лишь примерно в десять раз превышает уровень фона.

#### 4.7. Текстура рекристаллизации

Как вытекает из результатов, представленных выше, преимущественная кристаллографическая ориентировка, формируемая в ходе ОТП, обычно соответствует текстуре простого сдвига, то есть, деформационной текстуре. Учитывая большие деформации, которым

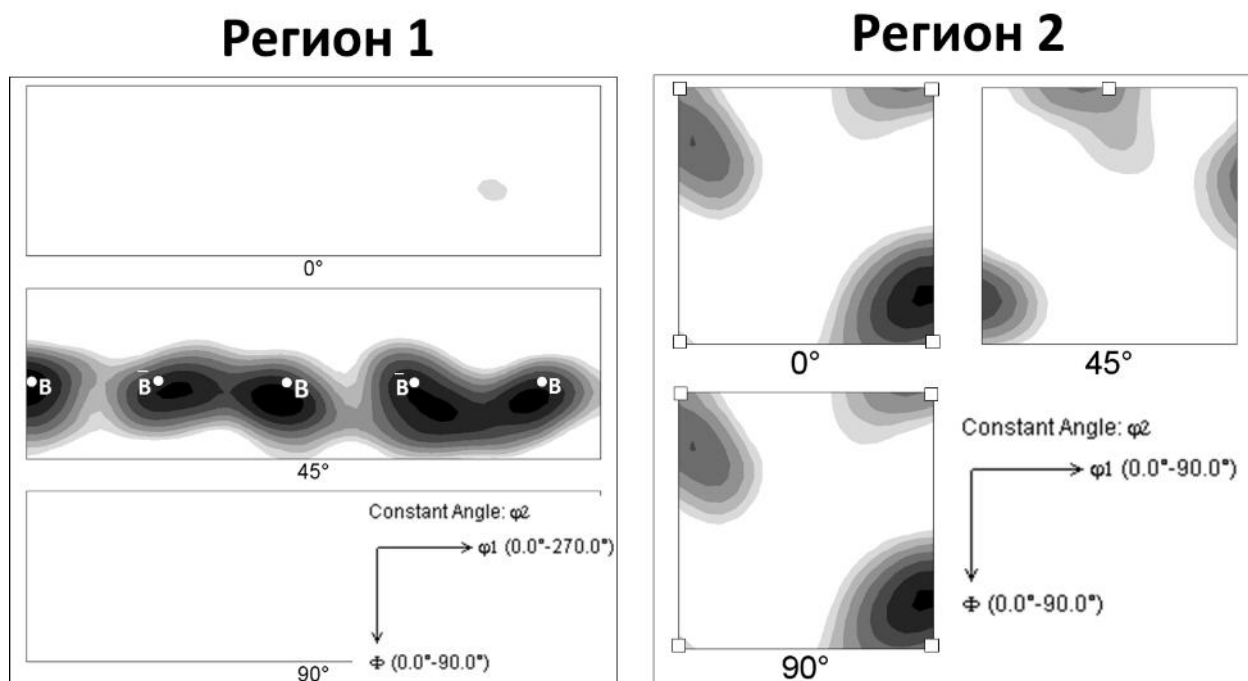


подвергается материал в зоне перемешивания, данный факт представляется вполне естественным. С другой стороны, известно, что материал в ходе ОТП также и нагревается до очень высоких температур. Как будет показано ниже, это может способствовать протеканию рекристаллизации. Соответственно, в ходе ОТП возможно также формирование текстур *рекристаллизации*. В рамках данной диссертационной работы подобный эффект был зафиксирован в ходе ОТП алюминиевого сплава AA6016 (Таблица 2.1) [150].



**Рисунок 4.11.** Оптическая фотография макроструктуры, сформировавшейся около сварочного инструмента при ОТП алюминиевого сплава AA6016 (а) и ППФ {100} и {111}, иллюстрирующие текстуру в двух областях зоны обработки: непосредственно около инструмента (регион 1) и на расстоянии 12 мм от него (регион 2).

В данной работе был использован «stop action» метод [116], и сформировавшаяся микроструктура и текстура изучалась как непосредственно около сварочного инструмента, так и на некотором удалении от него, как показано на Рис. 4.11а.



**Рисунок 4.12.** Функции распределения ориентировок (ФРО) текстуры простого сдвига в регионе 1 и текстуры рекристаллизации в регионе 2 в трехмерном пространстве углов Эйлера ( $\phi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\phi_2$ ). ФРО на рисунке представлены в виде серий двумерных сечений ( $\phi_1$ ,  $\Phi$ ) трехмерного пространства углов Эйлера; подпись под каждым из сечений соответствует значению угла  $\phi_2$ .

Как следует из ППФ  $\{111\}$  для Региона 1, материал, непосредственно контактировавший со сварочным инструментом, характеризовался обычной текстурой простого сдвига  $B/\bar{B}\{112\}\langle 110 \rangle$  (Рис. 4.11б). Однако с ростом расстояния от инструмента эта текстура практически полностью исчезает, и ей на смену приходит ориентировка, у которой кристаллографические оси  $\langle 100 \rangle$  выровнены с принципиальными направлениями деформации (ППФ  $\{100\}$  для Региона 2). Данная ориентировка известна как текстура куба  $\{100\}\langle 001 \rangle$ , и в алюминиевых сплавах её образование обычно свидетельствует о протекании рекристаллизации.

С целью проверки этого результата, были проанализированы функции распределения ориентировок (ФРО), как показано на Рис. 4.12. Анализ ФРО подтвердил трансформацию деформационной текстуры  $B/\bar{B}\{112\}\langle 110 \rangle$  в рекристаллизационную текстуру куба  $\{100\}\langle 001 \rangle$ .

#### 4.8. Выводы по главе

В данной главе исследовались текстуры, формируемые в ходе ОТП различных металлических материалов. В результате работы были сформулированы следующие выводы.

1) Текстуры, образующиеся в ходе ОТП, в большинстве случаев могут быть интерпретированы как текстуры простого сдвига. В некоторых случаях, однако, отмечено также формирование текстур рекристаллизации.

2) При анализе текстурных данных во многих случаях наиболее адекватными показали себя модели, согласно которым макроскопический сдвиг осуществлялся либо плечиками, либо в результате комбинированного воздействия плечиков и пина. Исходя из этого, можно заключить, что плечики играют важную роль при пластическом течении материала в ходе ОТП.

3) В ГЦК-металлах уменьшение ЭДУ ведет к изменению текстуры от  $B/\bar{B}\{112\}\langle 110\rangle$  к  $A/\bar{A}\{111\}\langle 110\rangle$  и существенному ослаблению её интенсивности. Предположено, что данные эффекты связаны с затруднением поперечного скольжения и формированием двойников отжига.

4) Образование наиболее сильных текстур зафиксировано при ОТП магниевых сплавов. Предположено, что данный эффект связан с относительно небольшим числом систем скольжения, задействованных в пластическом течении. При увеличении числа задействованных систем скольжения отмечено ослабление текстуры.

5) На основе текстурного анализа можно заключить, что в ходе ОТП ОЦК-металлов преобладает скольжение по плоскости  $\{112\}$ . Среди ГПУ-металлов, в магниевых сплавах доминирующим является базисное скольжение, в технически чистом титане – призматическое скольжение, а в циркониевом сплаве Zircaloy-4 задействованы оба этих семейства скольжения.

## ГЛАВА 5

### ФРАГМЕНТАЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ ПРИ ОТП КУБИЧЕСКИХ МЕТАЛЛОВ С ВЫСОКОЙ ЭДУ

Для углубления представлений о формировании микроструктуры в ходе ОТП, этот процесс был исследован в различных металлических материалах, как отмечено в разделе 2.1. На основе полученных данных, было выделено несколько характерных типов эволюции микроструктуры. В частности, в ходе ОТП металлов с кубической решеткой и высокой ЭДУ формирование микроструктуры зачастую осуществлялось по механизму фрагментации. В данной главе диссертационной работы этот тип эволюции микроструктуры рассмотрен на примере чистого железа. Подробности эксперимента описаны в работе [138].

#### 5.1. Общие закономерности эволюции микроструктуры

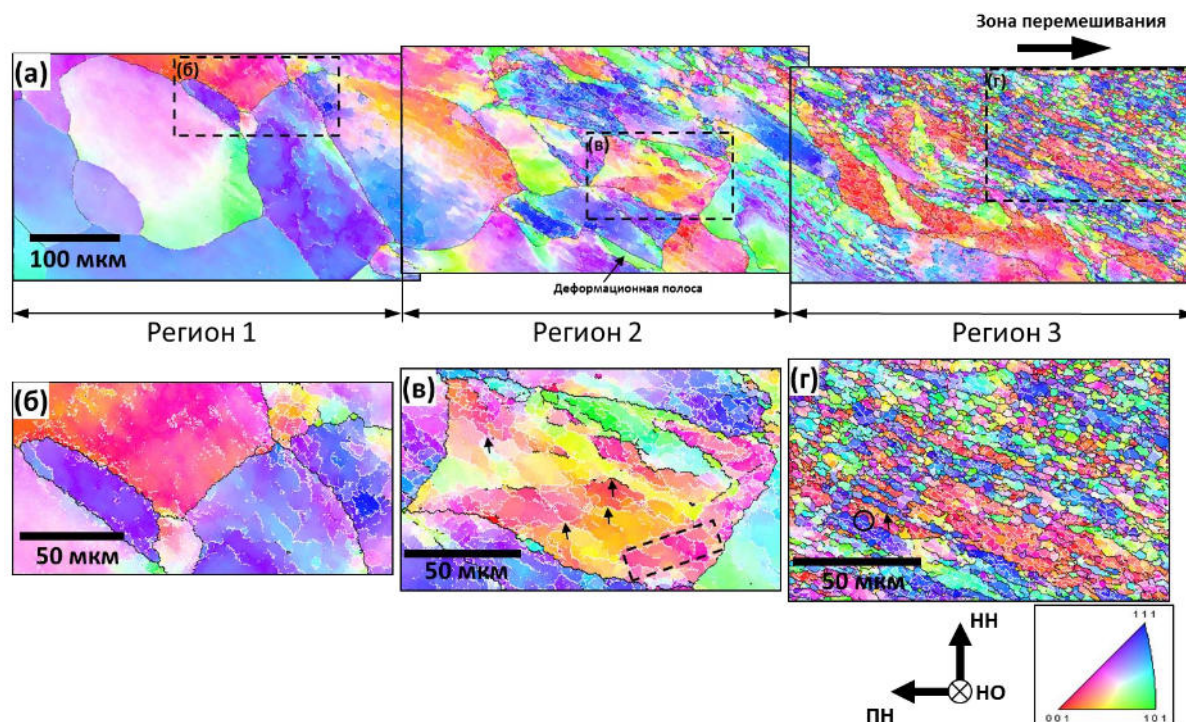
На Рис. 5.1 приведен оптический снимок поперечного сечения деформационной зоны, полученной при ОТП чистого железа. Для изучения процесса эволюции микроструктуры был проведен EBSD-анализ



Рисунок 5.1. Поперечное сечение ОТП-зоны в чистом железе

зоны термомеханического влияния. Полученная панорамная EBSD-карта показана на Рис. 5.2а; выделенные области этой карты приведены при большем увеличении на Рис. 5.2б-г.

Для количественного анализа эволюции микроструктуры на большой EBSD-карте были выделены три отдельных области (Регион 1, Регион 2 и Регион 3), и некоторые параметры их зеренной структуры показаны в Таблице 5.1.



**Рисунок 5.2.** Панорамная EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру в зоне термомеханического влияния в чистом железе (а); выделенные области карты показаны при большем увеличении на рисунках (б), (в) и (г). Варьирование цвета на карте соответствует изменению кристаллографической ориентировки кристаллитов относительно направления обработки; цветовой код ориентировок приведен в правом нижнем углу рисунка. МУГ и БУГ обозначены светлыми и темными линиями, соответственно.

**Таблица 5.1.** Средний размер зерен и субзерен, а также доля БУГ в различных микроструктурных регионах на Рис. 5.2а

Область	Средняя длина секущей в поперечном направлении, мкм		Доля БУГ, %
	БУГ	МУГ	
Регион 1	123.0	18.6	7
Регион 2	58.4	4.6	11
Регион 3	12.3	2.6	28

### 5.1.1. Начальный этап пластического течения

Как следует из Рис. 5.2а, протяженность зоны термомеханического влияния составляла около 1 мм. Около внешнего края этой зоны (Регион 1 на Рис. 5.2а) было отмечено появление зернограницных языков вдоль границ исходных зерен (Рис. 5.2б). Это свидетельствовало о том, что материал в этой области испытал существенный нагрев, инициировавший локальную миграцию БУГ. Доля МУГ возросла до 93% (Таблица 5.1), отражая, таким образом, возникновение развитой субструктуры. Отмечено

формирование серий протяженных МУГ, выровненных примерно в одном и том же направлении и рассекавших исходные зерна на фрагменты (Рис. 5.2а). Формирование подобных субграниц вело к появлению значительной неоднородности кристаллографической ориентировки внутри зерен.

### **5.1.2. Диапазон умеренных деформаций**

По мере приближения к зоне перемешивания (Регион 2 на Рис. 5.2а) исходные зерна существенно вытянулись, отражая тем самым увеличение степени деформации. Средний размер субзерен уменьшился (Таблица 5.1), свидетельствуя об усилении процесса формирования новых МУГ. Серии субграниц стали доминирующим элементом субструктуры (Рис. 5.2в). Обычно одна из подобных серий МУГ была близка к продольному направлению зерна. Эти субграницы, как правило, были наиболее протяженными и характеризовались относительно высокой разориентировкой. Эти «основные» субграницы зачастую пересекали «вторичные» серии МУГ, что вело к образованию характерных выступов на дислокационных границах (некоторые примеры обозначены стрелками на Рис. 5.2в). Формирование подобных микроструктур в деформированных ГЦК- и ОЦК-металлах хорошо описано в научной литературе [151, 152], где они обычно обозначаются как S-полосы.

На некоторых сегментах субграниц отмечено появление разориентировок свыше  $15^\circ$  (Рис. 5.2в). Наряду с геометрическим сжатием исходных зерен, этот эффект привел к уменьшению среднего расстояния между БУГ и увеличил их удельную долю (Таблица 5.1). Большеугловые сегменты субграниц, как правило, принадлежали «основным» сериям МУГ. Некоторые из них окаймляли деформационные полосы, как отмечено на Рис. 5.2а.

Группы соседних фрагментов нередко характеризовались чередующимся изменением ориентировки, как выделено на Рис. 5.2в. В подобных случаях развороты кристаллической решетки соседних

фрагментов стремились компенсировать друг друга. Согласно работам [152, 153] этот эффект считается связанным с минимизацией энергии деформируемого материала. В масштабах зерна, однако, ориентационные градиенты были довольно велики, и кристаллографические ориентировки различных частей зерна могли существенно отличаться (Рис. 5.2в). Как следствие, очертания исходных зерен постепенно размывались (Рис. 5.2а).

### ***5.1.3. Микроструктура в непосредственной близости от зоны перемешивания***

В непосредственной близости от зоны перемешивания (Регион 3 на Рис. 5.2а) микроструктура существенно усложнилась. Исходные зерна очень сильно вытянулись. Наряду с этим продольные субграницы накопили разориентировку свыше  $15^\circ$ , окончательно разбивая исходные зерна на четко очерченные фрагменты. В результате имело место формирование специфической пластинчатой микроструктуры, состоящей, главным образом, из продольных БУГ и поперечных МУГ (Рис. 5.2г). Структура была неоднородна, и локально в ней выявлялись остатки исходных сильно деформированных зерен, уцелевших в ходе фрагментации. Следует отметить, что на продольных границах пластин выявлялись не только фасетки, обусловленные локализованным сдвигом (пример указан стрелкой на Рис. 5.2г), но и специфические «языки», связанные с термоактивируемой локальной миграцией БУГ (выделенная область на Рис. 5.2г). Последний эффект был, очевидно, связан с относительно высокой температурой деформации непосредственно возле зоны перемешивания.

Интенсификация процесса фрагментации микроструктуры в Регионе 3 привела к резкому сокращению средней длины секущей БУГ и существенному росту удельной доли последних (Таблица 5.1). Наряду с этим, однако, средний размер субзерен также уменьшился (Таблица 5.1),

что свидетельствует о продолжающемся процессе формирования границ деформационного происхождения.

Как следует из сопоставления экспериментальных и литературных данных, эволюция микроструктуры в исследованном случае в значительной мере схожа с формированием микроструктуры в ходе большой холодной или теплой деформации металлов с высокой или средней ЭДУ [151, 153, 154, 155]. Таким образом, данный процесс можно интерпретировать как фрагментацию микроструктуры.

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:

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

где  $\frac{\partial \theta}{\partial \tau}$  - изменение угла разориентировки на границе,  $\Delta \Gamma$  - параметр, характеризующий несовместность деформации двух сопрягающихся областей, а  $\dot{\varepsilon}$  - скорость деформации. Полагается, что это несовместность, как правило, 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 деформационной границе, 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, что в ходе ОТП материал подвергается очень



большим пластическим деформациям, выявленная фрагментации структуры представляется вполне ожидаемой.

## **5.2. Плоскости залегания границ деформационного происхождения**

Как следует из Рис. 5.2а, границы деформационного происхождения, сформировавшиеся в ходе ОТП, были ориентированы не произвольным образом, а стремились выровняться в едином направлении как в пределах зерен, так и в масштабе EBSD-карты в целом. Явление макроскопического и кристаллографического выравнивания дислокационных границ в деформированных металлах довольно хорошо описано в научной литературе [151, 155, 156-158]. Однако по сведениям автора, этот эффект до сих пор не был описан в ОТП-материалах.

Исследование возможной связи между границами деформационного происхождения и кристаллографической ориентировкой зерна, в котором они формируются, а также между макроскопическим деформированным состоянием представляется важным для фундаментального понимания процесса фрагментации. В этой связи, в данном разделе проанализированы плоскости залегания этих границ в макроскопической и кристаллографической системах координат. Для этой цели использовалось EBSD. Несомненным преимуществом этого метода является возможность анализа большого массива данных, что обеспечивает высокую статистическую репрезентативность данных. Наряду с этим необходимо отметить, что, вследствие двумерного характера EBSD-данных, этот метод не позволяет измерить плоскость залегания зернограницных плоскостей в трехмерном пространстве. В этой связи, в данном разделе исследовалась только ориентировка *следов* этих плоскостей на EBSD-карте.

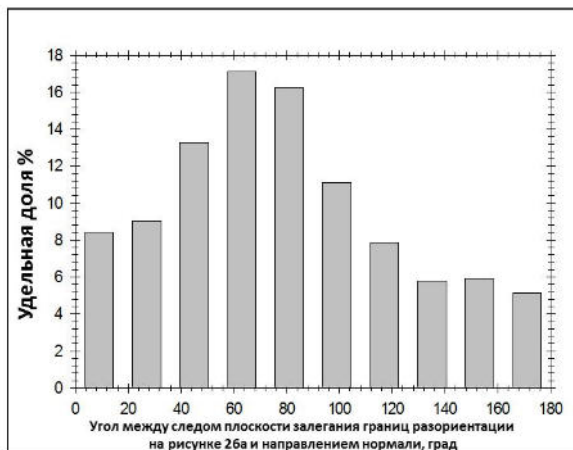
### 5.2.1. Макроскопическое выравнивание границ

Распределение углов между следами плоскостей залегания границ разориентации на Рис. 5.2а и направлением нормали к макроскопической плоскости сдвига приведено на Рис. 5.3. Для построения данного графика была измерена ориентировка свыше 99 тыс. сегментов границ с точностью не хуже  $2^\circ$ . Видно, что распределение углов наклона является довольно широким, и его максимум приходится примерно на  $70^\circ$ . Для интерпретации этого результата в верхней части Рис. 5.3 также приведен снимок поперечного сечения ОТП-зоны; как следует из него, угол между краем зоны перемешивания и направлением нормали также близок к  $70^\circ$ . Таким образом, границы деформационного происхождения, сформировавшиеся в ходе ОТП, были ориентированы примерно параллельно зоне перемешивания.

Считается, что дислокационные границы, образовавшиеся в ходе деформации, стремятся выровняться с плоскостями макроскопического

сдвига [155, 156]. Как обсуждалось в разделе 4.1. при ОТП эта плоскость может совпадать с краем зоны перемешивания (так называемая модель усеченного конуса [137]). Таким образом, полученный результат представляется вполне закономерным.

Очень широкий характер распределения на Рис. 5.3 также хорошо соотносится с литературными данными [155, 156]. Данный эффект, скорее всего, обусловлен существенным варьированием напряженного состояния от зерна к зерну как вследствие различия их

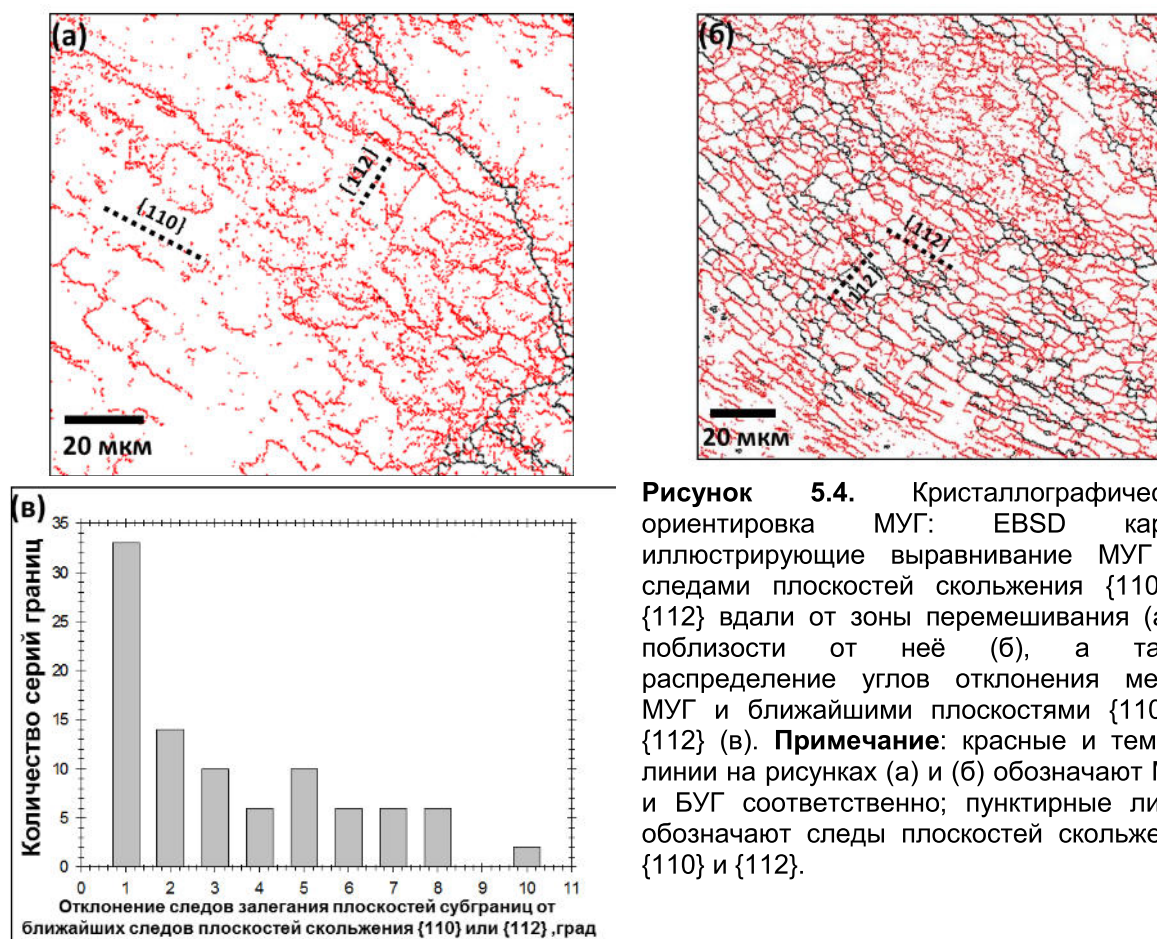


**Рисунок 5.3.** Распределение углов наклона следов плоскостей залегания границ деформационного происхождения на рисунке 5.2а по отношению к направлению нормали (НН). Подробности приведены в разделе 5.2.1

кристаллографических ориентировок, так и в результате влияния соседних зерен. Кроме того, образование фасеток при пересечениях субграниц (стрелки на Рис. 5.2в) и зернограничных «языков» (Рис. 5.2г) также способствовало отклонению плоскостей залегания границ деформационного происхождения от поверхности идеального сдвига.

### 5.2.2. Кристаллографическое выравнивание границ

Для анализа ориентации МУГ в кристаллографической системе координат была использована следующая процедура. На основе EBSD данных были определены следы плоскостей скольжения  $\{110\}$  и  $\{112\}$  на EBSD-карте на Рис. 5.2а, а затем они были сопоставлены со следами плоскостей залегания субграниц. Если угол отклонения составлял менее  $10^\circ$ , то плоскость МУГ считалась близкой к той или иной плоскости скольжения.



**Рисунок 5.4.** Кристаллографическая ориентировка МУГ: EBSD карты, иллюстрирующие выравнивание МУГ со следами плоскостей скольжения  $\{110\}$  и  $\{112\}$  вдали от зоны перемешивания (а) и поблизости от неё (б), а также распределение углов отклонения между МУГ и ближайшими плоскостями  $\{110\}$  и  $\{112\}$  (в). **Примечание:** красные и темные линии на рисунках (а) и (б) обозначают МУГ и БУГ соответственно; пунктирные линии обозначают следы плоскостей скольжения  $\{110\}$  и  $\{112\}$ .

Как следует из Рис. 5.4а, на относительно большом расстоянии от зоны перемешивания плоскости залегания продольных (т.е. «основных») субграниц были относительно близки к плоскостям  $\{110\}$ , в то время как поперечные (т.е. «вторичные») МУГ были примерно параллельны плоскостям  $\{112\}$ . В работе [151] подобный эффект был также отмечен в холоднокатаном железе, где он был интерпретирован как признак преобладания системы скольжения  $\{110\}\langle 111\rangle$ .

По мере приближения к зоне перемешивания, однако, было выявлено преимущественное выравнивание субграниц с плоскостями  $\{112\}$  (Рис. 5.4б). Данный факт позволяет предположить активизацию системы скольжения  $\{112\}\langle 111\rangle$ .

Всего было проанализировано 88 серий МУГ в 33 различных зернах. Распределение углов их отклонения от ближайших плоскостей скольжения  $\{110\}$  или  $\{112\}$  приведено на Рис. 5.4в. Как следует из рисунка, максимальный угол отклонения не превышал  $10^\circ$ , а в 77 случаях он был менее  $5^\circ$ . Данный результат хорошо соотносится с работами [151, 158], в которых также было обнаружено выравнивание дислокационных границ с плоскостями скольжения в холоднокатаном железе.

Следует, впрочем, подчеркнуть, что выявленная близость поверхностей МУГ к плоскостям скольжения может быть также отчасти обусловлена и наличием большого числа систем скольжения в ОЦК решетке (6 по плоскостям  $\{110\}$  и 12 по плоскостям  $\{112\}$ ). Таким образом, статистическая вероятность того, что плоскость залегания МУГ будет близка к одной из плоскостей скольжения, представляется относительно высокой.

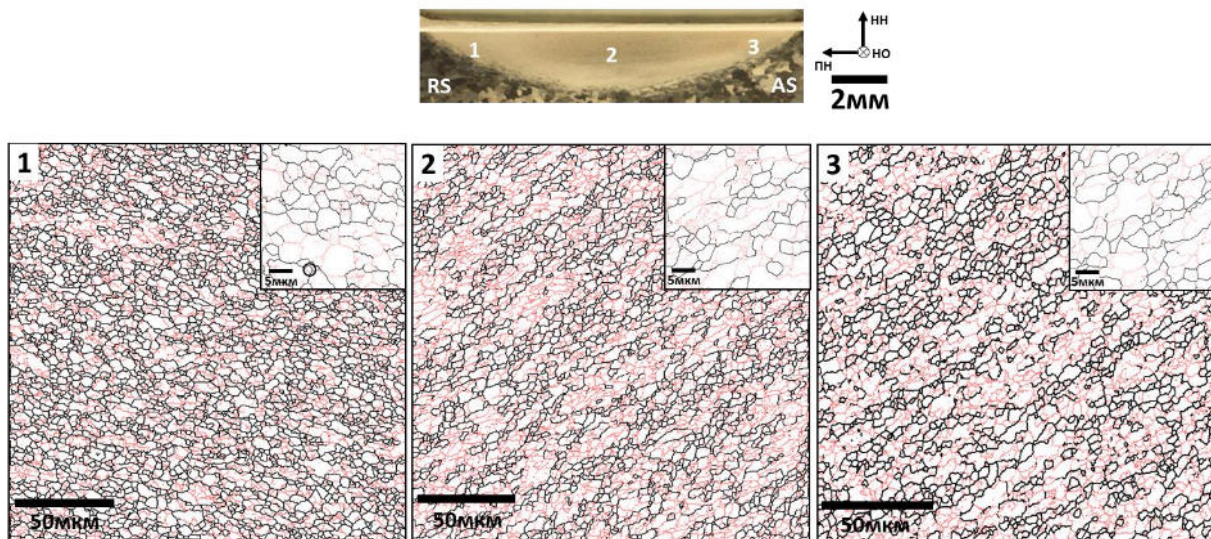
Тем не менее, полученные данные позволяют предположить, во-первых, активизацию скольжения по обеим плоскостям  $\{110\}$  и  $\{112\}$  при ОТП чистого железа, а во-вторых, наличие тесной корреляции между доминирующей системой скольжения и преимущественной плоскостью залегания дислокационных границ.



### 5.3. Зона перемешивания

#### 5.3.1. Морфология микроструктуры и размер зерен

Карты EBSD, иллюстрирующие зеренную структуру в трех различных частях зоны перемешивания, приведены на Рис. 5.5. МУГ и БУГ на этих картах обозначены красными и темными линиями соответственно. Высокоразрешающие изображения микроструктур, полученные с шагом сканирования 0,1 мкм, показаны в правых верхних углах карт. Некоторые параметры этих зеренных структур представлены в Таблице 5.2.



**Рисунок 5.5.** EBSD карты, иллюстрирующие зеренную структуру в трех различных областях зоны перемешивания. МУГ и БУГ на картах обозначены красными и темными линиями соответственно. В верхних правых углах карт показаны высокоразрешающие изображения микроструктуры, полученные с шагом сканирования 0,1 мкм.

Как следует из Рис. 5.5, микроструктура на стороне RS характеризовалась наличием остатков относительно крупных зерен и, таким образом, была относительно неоднородной. Впрочем, объемная доля этих зерен снизилась по сравнению с краем зоны перемешивания (Рис. 5.2г), отражая, таким образом, дальнейшее развитие процесса фрагментации микроструктуры.

Как и в зоне термомеханического влияния, для микроструктуры по-прежнему было характерно наличие направленности (Рис. 5.5). Тем не менее, очевидно, что многие поперечные субграницы накопили

разориентировку свыше  $15^\circ$ , трансформируя, таким образом, пластинчатую микроструктуру в вытянутые зерна (Рис. 5.5).

**Таблица 5.2.** Средний размер зерен и субзерен, а также доля БУГ в различных частях зоны перемешивания, как показано на Рис. 5.5

Область	Средняя длина секущей в поперечном направлении, мкм		Доля БУГ, %
	БУГ	МУГ	
RS	4.4	2.1	48
Центр	6.7	2.2	35
AS	6.2	2.1	34.5

В первом приближении сформировавшуюся микроструктуру можно описать как совокупность относительно мелких равноосных зерен и гораздо более крупных вытянутых зерен. Мелкие зерна были обычно полностью окаймлены БУГ и практически не содержали субструктуры. Напротив, крупные зерна не имели непрерывного большеугольного периметра и характеризовались наличием развитой системы МУГ. Как и в зоне термомеханического влияния, БУГ не являлись прямолинейными и нередко характеризовались наличием «языков»; один из примеров выделен на высокоразрешающей вставке в правом верхнем углу EBSD-карты. Можно предположить, таким образом, что одним из возможных механизмов формирования мелких равноосных зерен была постепенная трансформация этих «языков» в рекристаллизационные зародыши.

Как следует из Таблицы 5.2, средний размер субзерен на стороне RS составлял 2,1 мкм и, таким образом, не изменился существенно по сравнению с краем зоны перемешивания (Таблица 5.1). Это, возможно, свидетельствует о постепенном затухании процесса формирования границ деформационного происхождения. С другой стороны, средняя длина секущей БУГ сократилась примерно в три раза (Таблицы 5.1 и 5.2). Исходя из этого, можно предположить, что данный этап эволюции микроструктуры характеризовался преобладанием процесса превращения МУГ в БУГ.

В центральной и AS частях зоны перемешивания имела место существенная геометрическая переориентация микроструктуры (области 2

и 3 на Рис. 5.5). Данный эффект был, скорее всего, связан с геометрическим эффектом деформации при вращении сварочного инструмента в ходе ОТП. Другой примечательной особенностью микроструктуры было значительное увеличение средней длины секущей БУГ и сокращение их удельной доли (Таблица 5.2). Огрубление зеренной структуры традиционно связывается с ростом зерен. В данном случае, однако, сформировавшаяся микроструктура содержала развитую сеть МУГ и, таким образом, данное предположение представлялось маловероятным. Возможная причина данного эффекта рассмотрена в следующем разделе.

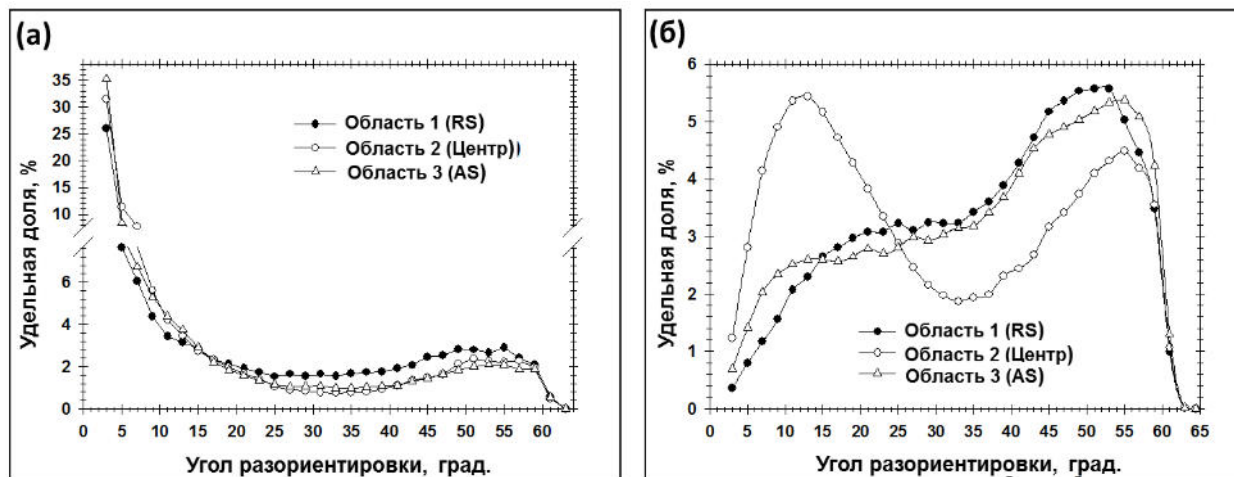
### **5.3.2. Спектр разориентировок**

Для более глубокого понимания процесса формирования микроструктуры были проанализированы распределения границ по углам разориентировки в трех различных областях зоны перемешивания, как показано на Рис. 5.6а.

Из рисунка видно, что все три распределения были качественно очень схожи. В каждом случае они были бимодальными и характеризовались наличием острого малоуглового пика и размытого максимума между  $50^\circ$  и  $60^\circ$ . В качестве наиболее существенного различия можно выделить лишь относительно небольшую долю МУГ на стороне RS. Как отмечалось в предыдущем разделе, уменьшение содержания БУГ в центральной и AS областях зоны перемешивания также сопровождалось увеличением среднего размера зерен (Таблица 5.2).

Общепринято считать, что формирование границ деформационного происхождения в ходе фрагментации тесно связано с переориентацией кристаллической решетки; то есть, фактически, с образованием текстуры деформации [155, 159]. В этой связи уместно рассмотреть образование дислокационных границ с точки зрения эволюции текстуры. Формирование текстуры, по сути, означает, что кристаллографические ориентировки зерен становятся схожими. Значительное усиление текстуры может

привести к конвергенции ориентировок некоторых соседних зерен. А это, в свою очередь, может снизить разориентировку разделяющей их границы до малоуглового диапазона. Таким образом, усиление текстуры может привести к сокращению доли БУГ и увеличению среднего расстояния между ними.



**Рисунок 5.6.** Распределения границ по углам разориентировки для микроструктур, показанных на Рис. 5.5: измеренные экспериментально (а), вычисленные на основе текстурных данных (б).

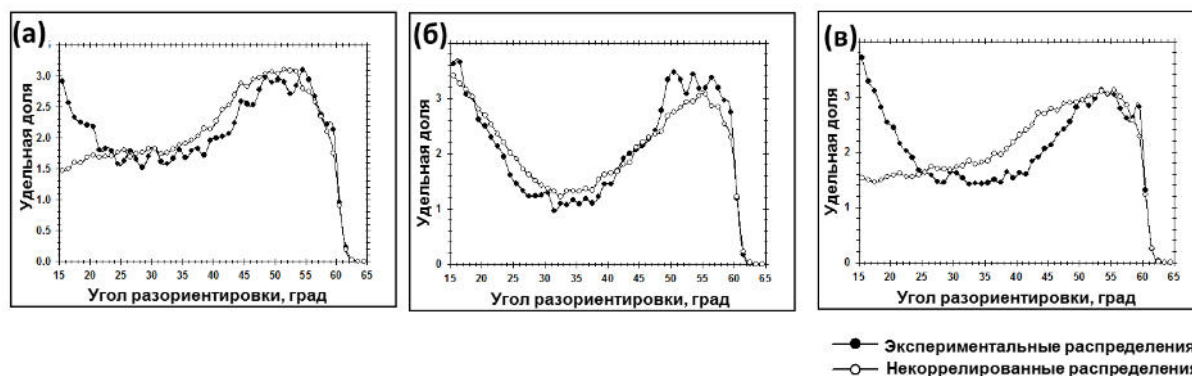
Для проверки этой гипотезы на основе текстурных данных были вычислены так называемые некоррелированные распределения разориентировок. В отличие от экспериментального спектра, отражающего разориентировки между соседними пикселями на EBSD карте, некоррелированный спектр был получен без учета пространственной корреляции между пикселями; иными словами были вычислены все возможные разориентировки между пикселями (включая несмежные). Полученные некоррелированные распределения границ по углам разориентировки представлены на Рис. 5.6б. Считается, что подобие между экспериментальным и некоррелированным спектрами разориентировок означает, что формирование границ деформационного происхождения в значительной мере определялась текстурой [160].

Как следует из Рис. 5.6б, некоррелированные распределения для AS и, в особенности, для центральной области зоны перемешивания характеризовались относительно высоким содержанием МУГ. Данный



факт хорошо согласуется с усилением текстуры в этих областях (Рис. 4.6). Таким образом, наиболее сильная текстура в центральной части зоны перемешивания (Рис. 4.6) соответствовала максимальной доле МУГ в некоррелированном спектре разориентировок (рис. 5.6б), а также минимальному содержанию БУГ и максимальному расстоянию между ними в реальной микроструктуре (Таблица 5.2).

Примечательной особенностью некоррелированных распределений на Рис. 5.6б также являлось сходство их большеугловой части с экспериментальным спектром разориентировок на Рис. 5.6а. Во всех случаях распределения характеризовались постепенным увеличением содержания границ в угловом диапазоне  $30^{\circ}$ - $50^{\circ}$ , наличием широкого максимума в интервале от  $50^{\circ}$  до  $60^{\circ}$  и, наконец, резким сокращением доли границ в области  $60^{\circ}$ - $62,8^{\circ}$ . Для более детального сравнения большеугловые части обоих типов распределений были построены вместе на Рис. 5.7.



**Рисунок 5.7.** Сравнение экспериментального и некоррелированного распределений границ по углам разориентировки для микроструктуры на стороне RS (а), в центре (б) и на стороне AS (в) зоны перемешивания.

Как очевидно из данного рисунка, во всех трех случаях экспериментальные распределения довольно хорошо соотносятся с некоррелированными в угловом диапазоне примерно от  $25^{\circ}$  до  $62,8^{\circ}$ . Это позволяет заключить, что формирование этих разориентировок было действительно в значительной мере обусловлено эволюцией текстуры.

#### **5.4. Выводы по главе**

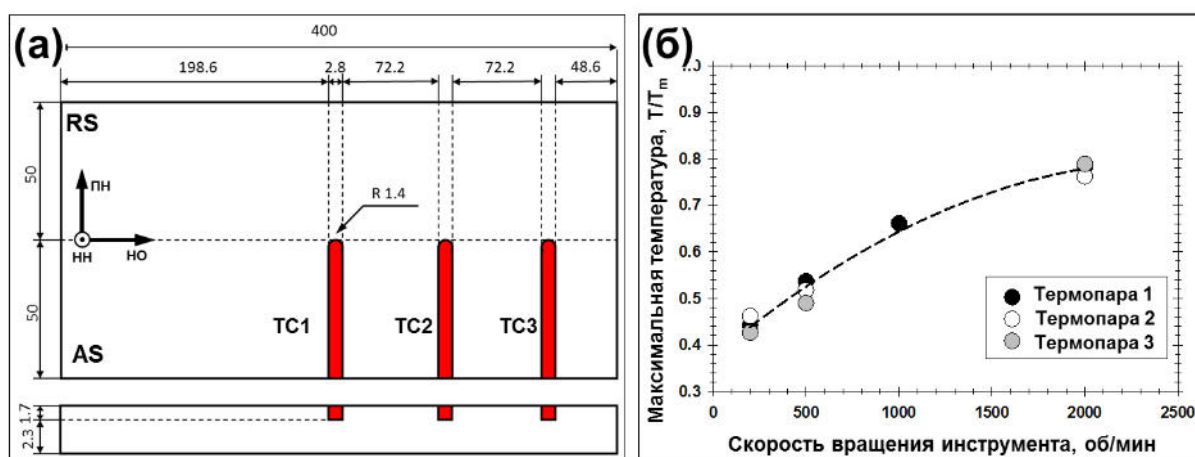
В данной главе была рассмотрена эволюция микроструктуры в ходе ОТП кубических металлов с высокой ЭДУ на примере чистого железа. Было показано, что формирование зеренной структуры представляло собой довольно сложный процесс, в котором доминирующую роль играла фрагментация микроструктуры.

Учитывая, что в ходе ОТП материал подвергается очень большим пластическим деформациям, выявленная фрагментации структуры представляется вполне ожидаемой. В этой связи также является вполне закономерной выявленная тесная связь между процессом формированием границ деформационного происхождения, макроскопической схемой деформации, задействованными системами скольжения и эволюцией текстуры.

## ГЛАВА 6

### ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ОБРАБОТКИ НА ФОРМИРОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ В ГЦК МЕТАЛЛАХ С ВЫСОКОЙ ЭДУ

Как и при любом термомеханическом процессе, формирование микроструктуры в ходе ОТП определяется величиной деформации, её скоростью и температурой. Специфической особенностью ОТП является то, что степень деформации и её скорость обычно являются большими. В этой связи, важнейшим параметром обработки, определяющим пластическое течение и формирование микроструктуры, считается температура [2, 3].



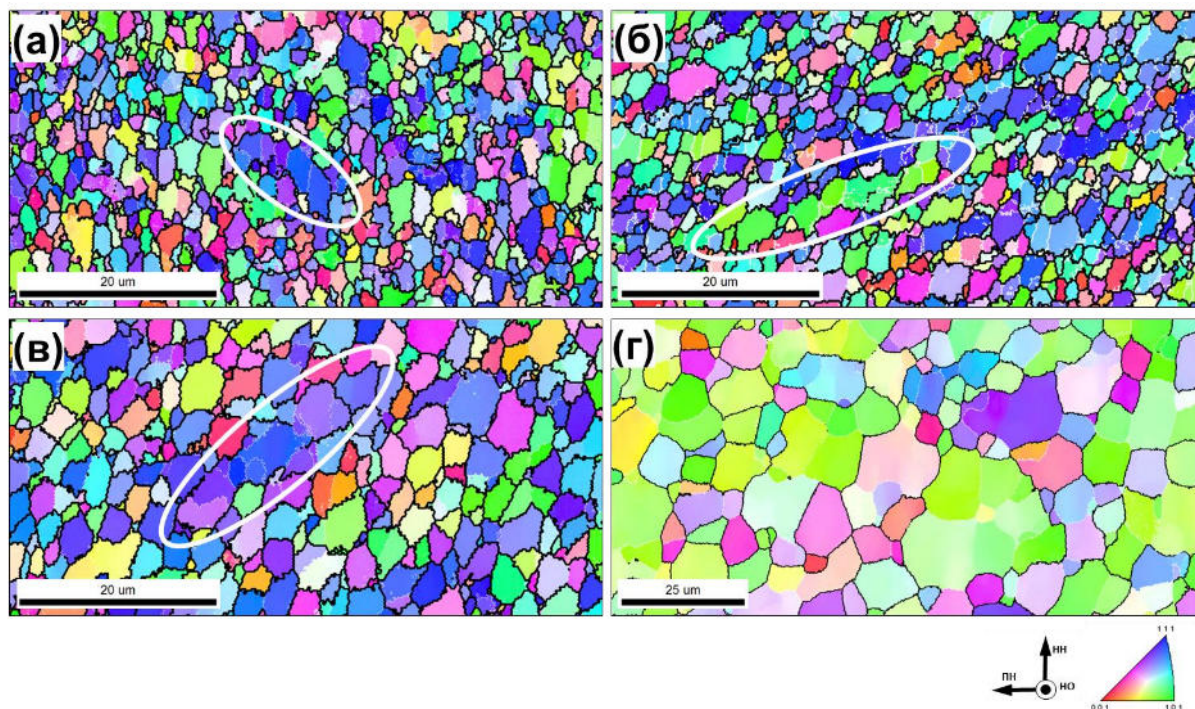
**Рисунок 6.1.** Схема, иллюстрирующая измерение температуры в ходе ОТП технически чистого алюминия (а), и влияние скорости вращения сварочного инструмента на максимальную температуру ОТП (б). Примечание: TC1, TC2 и TC3 соответствуют термопарам №№ 1, 2 и 3.

Как отмечено в предыдущей главе, формирование микроструктуры в ходе ОТП кубических металлов с высокой ЭДУ зачастую контролируется фрагментацией. В данной главе рассмотрено влияние температуры обработки на этот процесс. В качестве материала исследования был использован технически чистый алюминий (сплав AA1050 в Таблице 2.1) в холодно катаном состоянии. Для измерения температуры, термопары были помещены непосредственно в зону перемешивания, как показано на рис. 6.1а. Варьирование температуры ОТП достигалось посредством изменения скорости вращения сварочного инструмента, как

иллюстрировано на рис. 6.1б. Другие подробности эксперимента изложены в работе [161].

### 6.1. Микроструктура в зоне перемешивания

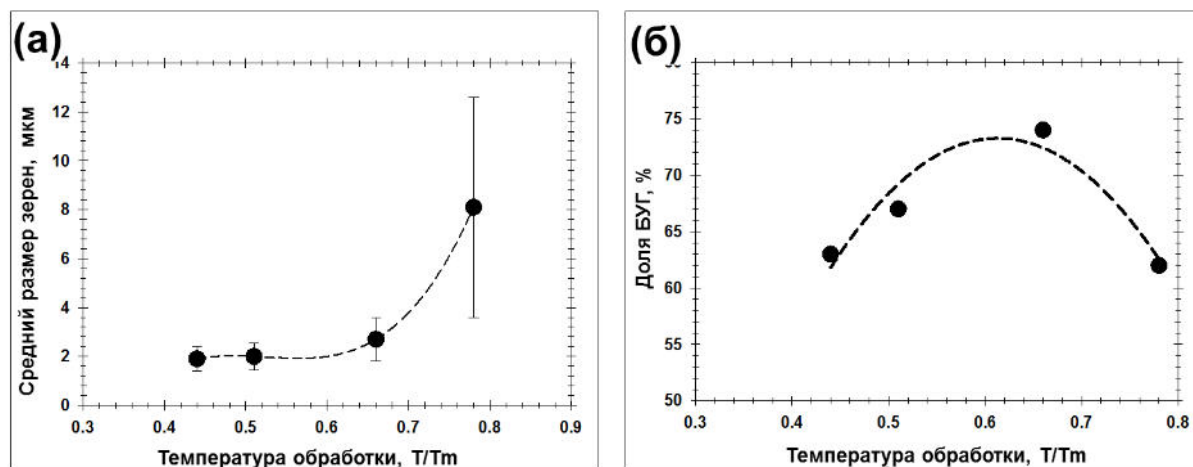
Влияние температуры обработки на микроструктуру, сформировавшуюся в зоне перемешивания, приведено на Рис. 6.2 и 6.3.



**Рисунок 6.2.** Фрагменты EBSD карт, иллюстрирующие микроструктуру в зоне перемешивания, сформировавшуюся в результате обработки при температуре  $0,44 T_m$  (а),  $0,51 T_m$  (б),  $0,66 T_m$  (в) и  $0,78 T_m$  (г). Примечание: зерна на EBSD картах окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления обработки (цветовой код ориентировок приведен в правом нижнем углу рисунка), МУГ и БУГ обозначены белыми и темными линиями, соответственно.

В интервале температур  $0,44-0,66T_m$ , все исследованные микроструктуры были в значительной мере подобны друг другу (Рис. 6.2а-в). Во всех случаях, их характерной чертой являлось преобладание относительно мелких (2-3 мкм) равноосных зерен. Однако, наряду с последними, во всех микроструктурах также выявлялись отдельные сильно вытянутые зерна, содержащие развитую субструктуру (примеры выделены на Рис. 6.2а-в). Как правило, субграницы в подобных зернах были ориентированы в поперечном направлении, образуя, таким образом,

цепочку примерно равноосных субзерен. В целом, влияние температуры в данном диапазоне проявлялось лишь в небольшом огрублении зеренной структуры (Рис. 6.3а) и росте доли БУГ (Рис. 6.3б).



**Рисунок 6.3.** Влияние температуры обработки на средний размер зерен (а) и долю БУГ (б) в зоне перемешивания. На рис. (а) погрешность соответствует среднеквадратичному отклонению.

Однако дальнейшее увеличение температуры до  $\sim 0,78T_m$  привело к значительным изменениям. Сформировавшаяся микроструктура характеризовалась преобладанием относительно крупных равноосных зерен, содержащих развитую субзеренную структуру (Рис. 6.2г). Соответственно, имело место резкое увеличение среднего размера зерен (Рис. 6.3а) и уменьшение доли БУГ (Рис. 6.3б).

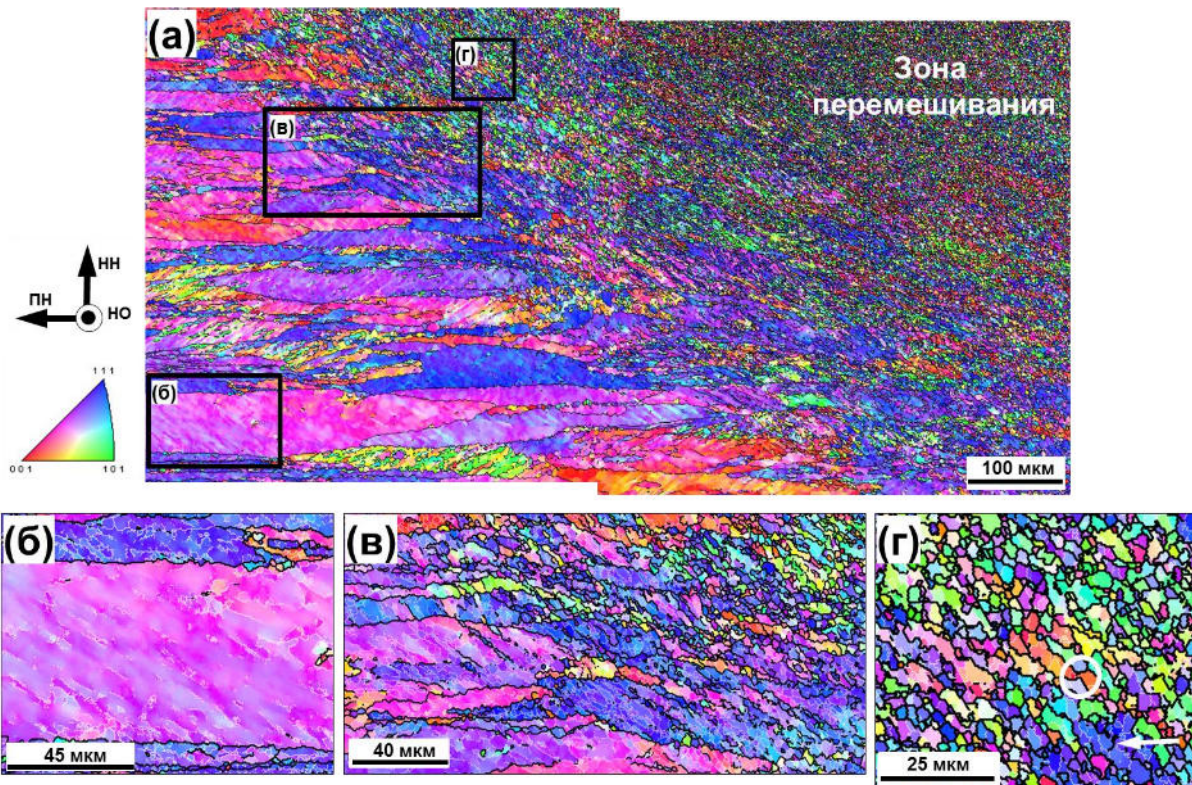
Исходя из полученных результатов было предположено, что процессы формирования микроструктуры при относительно низких ( $0,44-0,66T_m$ ) и высокой ( $\sim 0,78T_m$ ) температурах были различными. Для проверки данной гипотезы была исследована эволюция микроструктуры в этих двух температурных интервалах.

## 6.2. Эволюция микроструктуры при низких температурах

Для изучения процесса структурообразования при относительно низких температурах, были проанализированы микроструктурные изменения в



зоне термомеханического влияния в образце, обработанном при температуре  $0,51T_m$ . Соответствующая EBSD карта приведена на рис. 6.4а.



**Рис. 6.4.** EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру в зоне термомеханического влияния, сформировавшуюся при низкой температуре обработки (а), с выделенными участками, показанными при большем увеличении на рис. (б), (в) и (г). МУГ и БУГ на рисунке обозначены белыми и темными линиями, соответственно. Для простоты, только БУГ показаны на рис. (а).

На периферии деформационной зоны, то есть, в области относительно небольших деформаций, было выявлено интенсивное формирование серий протяженных границ деформационного происхождения (Рис. 6.4б). По мере продвижения вглубь переходной зоны и соответствующего увеличения деформации и температуры, отмечен быстрый рост разориентировки на этих границах и их последующее превращение в БУГ (Рис. 6.4в). Дальнейшее развитие этого процесса в непосредственной близости от зоны перемешивания привело к формированию характерной пластинчатой структуры (Рис. 6.4г). Таким образом, эволюция микроструктуры была в значительной мере подобна процессу, рассмотренному в предыдущей главе и может быть интерпретирована как *фрагментация*.





Для изучения эволюции микроструктуры при относительно высокой температуре, были проанализированы микроструктурные изменения в зоне термомеханического влияния в образце, обработанном при температуре  $0,78T_m$ . Соответствующая EBSD карта приведена на рис. 6.5а

На внешнем краю переходной зоны было выявлено образование зернограничных языков и их последующая трансформация в рекристаллизационные зародыши (Рис. 6.5б). Данные микроструктурные изменения соответствовали начальной стадии *прерывистой рекристаллизации*. Следует отметить, впрочем, что объемная доля таких зародышей была относительно низкой даже в непосредственной близости от зоны перемешивания (Рис. 6.5а). В этой связи представляется маловероятным, что прерывистая рекристаллизация играла определяющую роль в эволюции микроструктуры.

С другой стороны, по мере приближения к зоне перемешивания (и соответственного увеличения деформации) внутри исходных зерен имело место формирование развитой субзеренной структуры (Рис. 6.5в). Образовавшиеся субзерна характеризовались примерно равноосной морфологией и средним размером  $\sim 10$  мкм. Непосредственно возле зоны перемешивания некоторые границы субзерен накопили разориентировку свыше  $15^\circ$  и, таким образом, трансформировались в зерна; при этом их форма и размеры не претерпели существенных изменений (Рис. 6.5в-г). Данный процесс и привел к формированию конечной микроструктуры, выявляемой в зоне перемешивания (Рис. 6.2г).

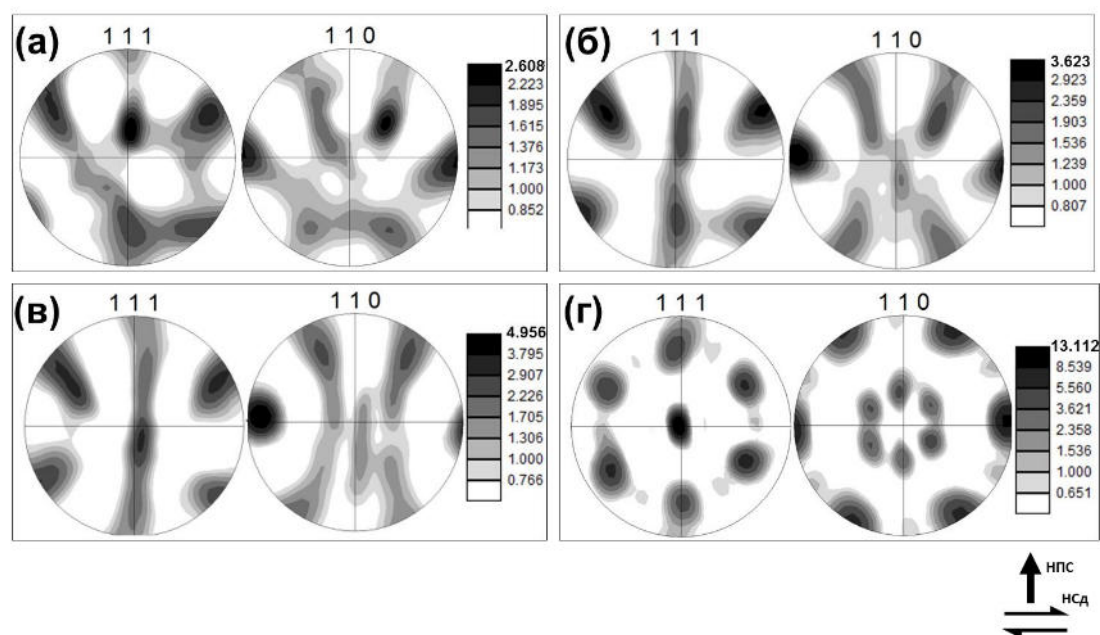
Таким образом, основным механизмом, контролирующим эволюцию микроструктуры при высокой температуре, также служила *фрагментация*. Как и при относительно низких температурах обработки, данный процесс определялся интенсивным формированием границ деформационного происхождения и их последующим превращением в БУГ. Принципиальное различие же заключалось в морфологии формирующейся зеренной структуры: двумерной (пластинчатой) при низкой температуре и



трехмерной (равноосной) при высокой температуре. Данный эффект был очевидно связан с повышенной мобильностью границ при высокой температуре, способствующей понижению суммарной зернограницной энергии за счет формирования равноосных зерен.

Следует также отметить, что процесс превращения МУГ в БУГ при высокой температуре развивался медленней, чем при низкотемпературной ОТП, что и привело к значительному снижению содержания БУГ (Рис. 6.3б). Данный эффект был, скорее всего, связан с высокой мобильностью дислокаций при высоких температурах, способствующей их быстрой аннигиляции или поглощению границами зерен. Как следствие, относительно низкая плотность дислокаций затрудняла формирование и эволюцию границ деформационного происхождения.

#### 6.4. Текстура в зоне перемешивания



**Рисунок 6.6.** ППФ (111) и (110), иллюстрирующие текстуру в центральной части зоны перемешивания, сформировавшуюся при температуре ОТП  $0,44 T_m$  (а),  $0,51 T_m$  (б),  $0,66 T_m$  (в) и  $0,78 T_m$  (г). Примечание: НПС и НСд соответствуют направлению нормали к плоскости сдвига и направлению сдвига.

С целью исследования влияния температуры обработки на характер пластического течения, были построены ППФ для центральной части зоны

перемешивания различных образцов, как показано на рис. 6.6. На данном рисунке, НПС и НСд соответствуют направлению нормали к плоскости сдвига и направлению сдвига.

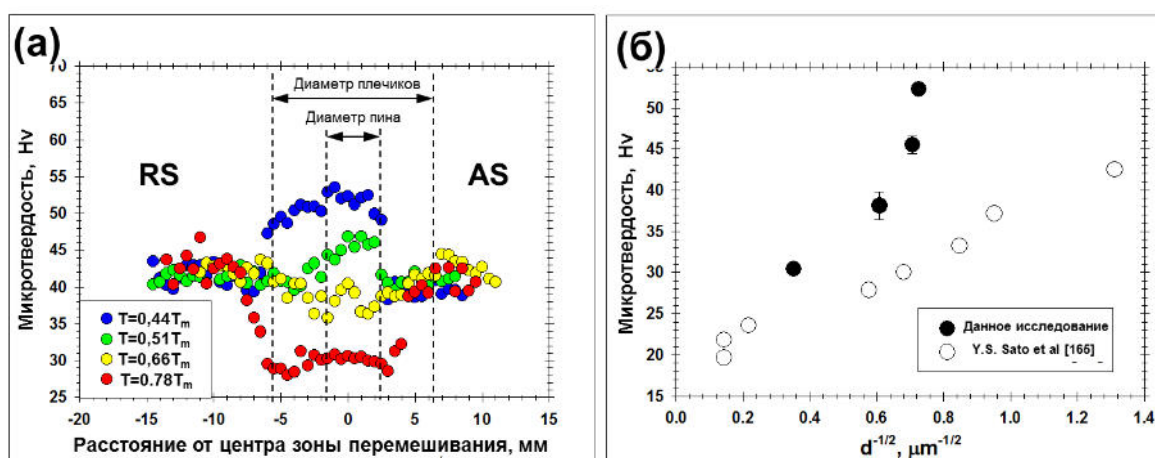
Как вытекает из сопоставления с идеальными текстурами простого сдвига на Рис. 4.2а, текстура, сформировавшаяся при  $0,44T_m$ , характеризовалась преобладанием компоненты  $C\{001\} \langle 110 \rangle$  (Рис. 6.6а). Увеличение температуры обработки до  $0,51T_m$  и далее до  $0,66T_m$  привело к образованию аксиальной текстуры типа  $\langle 110 \rangle // \text{НСд}$  и некоторому усилению её интенсивности (Рис. 6.6б-г). При максимальной температуре обработки было обнаружено формирование острой текстуры типа  $B/\bar{B}\{112\} \langle 110 \rangle$  (Рис. 6.6г). Как отмечалось в главе 4, подобная текстура часто выявляется в алюминиевых сплавах, подвергнутых ОТП [139].

Общепринято считать, что образование деформационной текстуры в значительной мере определяется условием поддержания совместности деформации соседних зерен. Согласно известному критерию Мизеса, для обеспечения данного условия требуется активизация как минимум 5 независимых систем скольжения в каждом зерне. Следует подчеркнуть, впрочем, что данный критерий справедлив лишь в самом общем случае – то есть, для совокупности равноосных зерен, имеющих произвольную кристаллографическую ориентировку. Уменьшение среднего числа соседей вследствие изменения *формы* зерен (например, от равноосной к пластинчатой) может частично релаксировать условия совместности деформации и, как следствие, сократить число необходимых систем скольжения [162]. В этой связи важно отметить, что образование текстурной компоненты  $C\{001\} \langle 110 \rangle$  иногда увязывается с частичной релаксацией условия совместности деформаций, а компоненты  $B/\bar{B}\{112\} \langle 110 \rangle$  - с выполнением критерия Мизеса [163, 164]. Таким образом, выявленное изменение текстуры при увеличении температуры обработки было, скорее всего, обусловлено трансформацией морфологии

микроструктуры от пластинчатой к равноосной, как обсуждалось в предыдущем разделе.

### 6.5. Прочность материала в зоне перемешивания

Для изучения влияния температуры ОТП на прочность материала были измерены профили микротвердости, как показано на Рис. 6.7а. С целью выявления возможного соответствия между микротвердостью и средним размером зерен в зоне перемешивания, полученные результаты были проанализированы в рамках известного соотношения Холла-Петча (Рис. 6.7б).



**Рис. 6.7.** Влияние температуры обработки на профиль микротвердости (а) и анализ соответствия между средним размером зерен и средней микротвердостью в зоне перемешивания в рамках соотношения Холла-Петча (б). Погрешность на рис. (б) соответствует среднеквадратичному отклонению.

Как очевидно из Рис. 6.7а, обработка при температурах  $0,66T_m$  и  $0,781T_m$  привела к разупрочнению материала. Важно подчеркнуть, что протяженность разупрочненной области существенно превышала размер деформационной зоны (которая определялась размером пина и плечиков на рисунке). Иными словами, разупрочнение было связано не с деформационным, а с термическим эффектом обработки. Как отмечалось в разделе 6.1, исходный материал находился в холодно катанном (то есть, нагартованном) состоянии. В этой связи, выявленное разупрочнение было,

скорее всего, связано с процессами возврата и рекристаллизации (Рис. 6.5б), протекающими в нагретом материале.

С другой стороны, обработка при относительно низких температурах  $0,44T_m$  и  $0,51T_m$  способствовала упрочнению материала в деформационной зоне (Рис. 6.7а). Следует отметить, что экспериментальное соотношение между микротвердостью и размером зерен существенно отклонялось от зависимости Холла-Петча (Рис. 6.7б), и, таким образом, упрочняющий эффект был, скорее всего, связан не только с измельчением микроструктуры (Рис. 6.4а), но и с наклепом материала.

### 6.6. Выводы по главе

В данной главе было рассмотрено влияние температуры ОТП на эволюцию микроструктуры в ГЦК металлах с высокой ЭДУ на примере технически чистого алюминия. В результате работы были сформулированы следующие выводы.

1) Во всем исследованном диапазоне температур эволюция микроструктуры определялась интенсивным формированием границ деформационного происхождения и их последующим превращением в БУГ, то есть, фрагментацией. При температуре  $\sim 0,8T_m$  дополнительно отмечена активизация прерывистой рекристаллизации, однако вклад данного механизма был относительно мал.

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

3) Предположено, что увеличение температуры деформации способствует уменьшению плотности дислокаций и, тем самым, замедляет развитие фрагментации.

4) Прочность материала, обработанного при относительно низких температурах, была выше, чем ожидалось в соответствии с законом Холла-Петча. Исходя из этого было предположено, что упрочнение материала определялось не только измельчением микроструктуры, но и увеличением плотности дислокаций.

## **ГЛАВА 7**

### **ПРЕРЫВИСТАЯ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ ПРИ ОТП ГЦК-МЕТАЛЛОВ С НИЗКОЙ ЭДУ**

В ходе диссертационной работы было обнаружено, что эволюция микроструктуры в ходе ОТП ГЦК металлов с низкой ЭДУ в значительной мере определялось развитием рекристаллизации. Данный эффект был, скорее всего, в значительной мере связан с относительно низкой подвижностью дислокаций в этих материалах, препятствующей их быстрой реорганизации в границы дислокационного происхождения. С одной стороны, это замедляло фрагментацию микроструктуры, а с другой - способствовало накоплению повышенной плотности решеточных дислокаций, обеспечивая, тем самым, движущую силу для процесса рекристаллизации.

В данной главе диссертации этот тип эволюции микроструктуры рассмотрен на примере супераустенитной нержавеющей стали S31254 (Таблица 2.5). Подробности эксперимента описаны в работе [143].

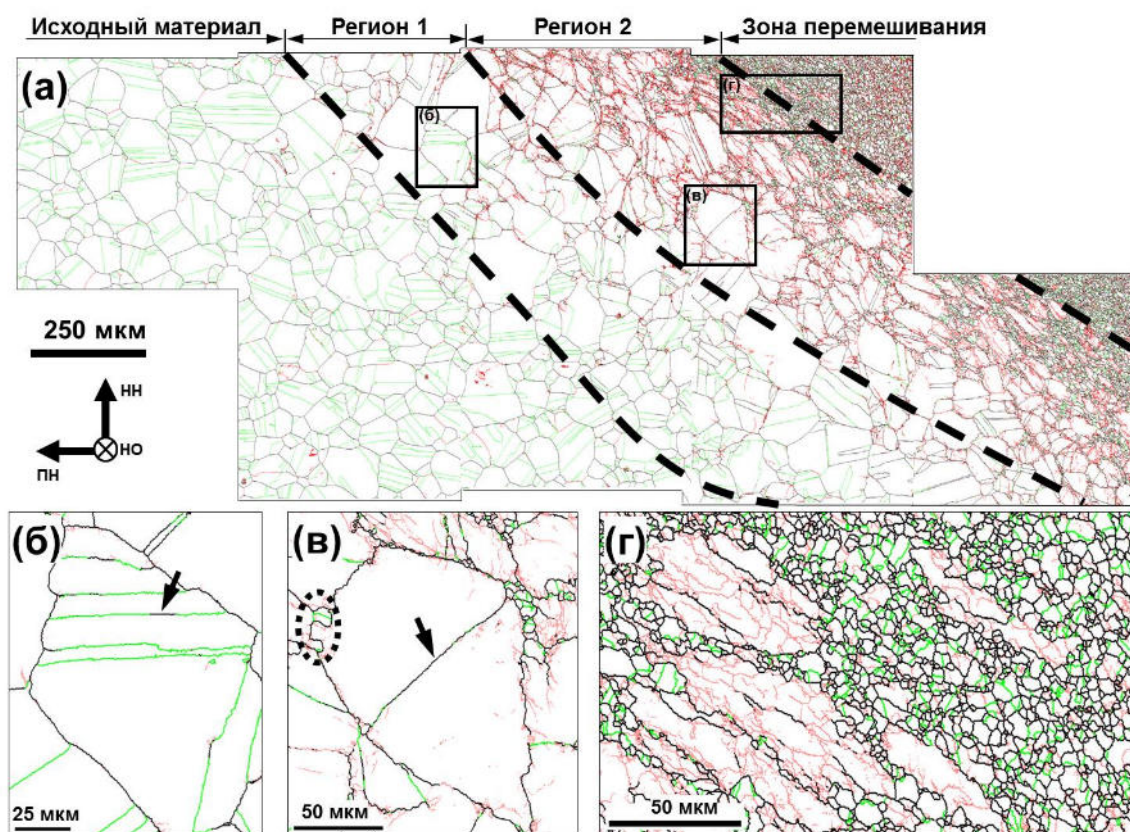
#### **7.1. Общие закономерности эволюции микроструктуры**

На Рис. 7.1 приведен оптический снимок поперечного сечения деформационной зоны, образовавшейся в ходе ОТП супераустенитной нержавеющей стали S31254. Для исследования процесса эволюции микроструктуры был проведен EBSD-анализ зоны термомеханического влияния. Полученная панорамная EBSD-карта показана на Рис. 7.2а; выделенные области этой карты приведены при большем увеличении на Рис. 7.2б-г. МУГ, БУГ и двойниковые границы  $\Sigma 3$  на этой карте обозначены красными, черными и зелеными линиями соответственно.





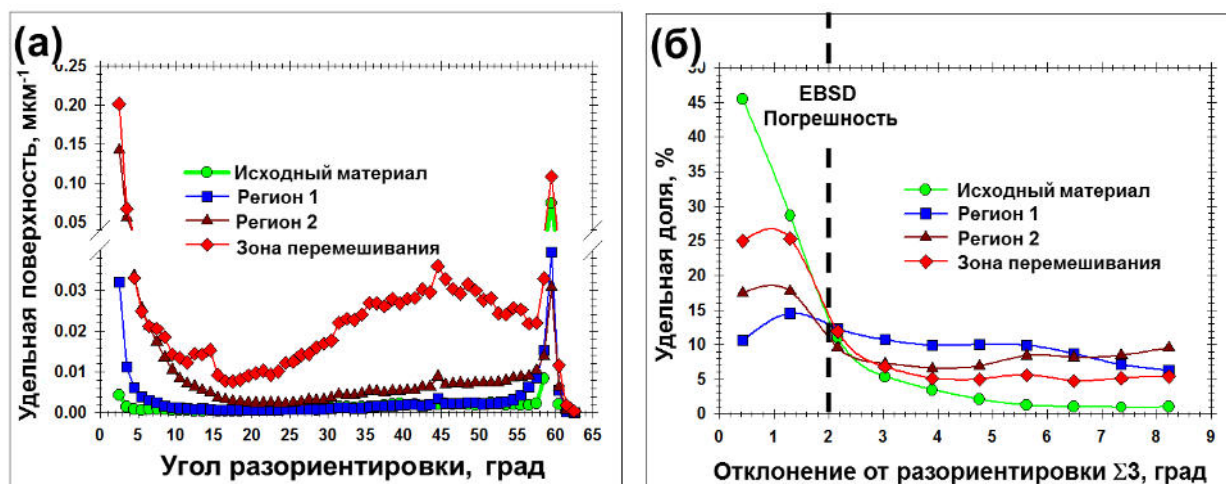
**Рисунок 7.1.** Поперечное сечение деформационной зоны образовавшейся в ходе ОТП супераустенитной стали S 31254. Пунктирные линии на рисунке обозначают контур сварочного инструмента.



**Рисунок 7.2.** Панорамная EBSD-карта, иллюстрирующая микроструктуру в зоне термомеханического влияния, образовавшейся при ОТП супераустенитной стали S31254 (а); выделенные области карты показаны при большем увеличении на рисунках (б), (в) и (г). МУГ, БУГ и двойниковые границы  $\Sigma 3$  обозначены красными, черными и зелеными линиями соответственно.

Для количественного анализа эволюции микроструктуры на большой EBSD-карте были выделены четыре отдельных области (Исходный материал, Регион 1, Регион 2 и Зона перемешивания), и соответствующие

распределения границ по углам разориентировки даны на Рис. 7.3а; изменение доли МУГ и двойниковых границ  $\Sigma 3$  показано в Таблице 7.1.



**Рисунок 7.3.** Распределения границ по углам разориентировки (а) и распределения отклонений разориентировки на двойниковых границах от  $\Sigma 3$  (б) для различных микроструктурных регионов на рисунке 7.2а.

**Таблица 7.1.** Удельная доля МУГ и двойниковых границ  $\Sigma 3$  в различных микроструктурных регионах на Рис.7.2а

Тип границ	Удельная доля границ, %			
	Исходный материал	Регион 1	Регион 2	Зона перемешивания
МУГ	8	32	56	31
$\Sigma 3$	51	31	7	10

Следует подчеркнуть, что распределения границ по углам разориентировки, приведенные на Рис. 7.3а, построены на основе удельной поверхности границ. Как показано в разделе 2.5, использование подобной метрики позволяет получить дополнительную информацию о процессах, протекающих в микроструктуре.

### 7.1.1. Начальный этап пластического течения

Как следует из Рис. 7.2а, первым признаком пластической деформации около внешнего края зоны термомеханического воздействия (Регион 1) было формирование МУГ; в результате имело место повышение их доли в спектре разориентировок (Таблица 7.1). Первые субграницы тяготели к границам исходных зерен и, таким образом, их



пространственное распределение было довольно неоднородным. Как правило, они были относительно короткими и извилистыми (Рис. 7.2а) и имели разориентировку ниже  $5^\circ$  (Рис. 7.3а).

Другой интересной особенностью микроструктуры в Регионе 1 была трансформация исходных двойников отжига. Было выявлено, что разориентировка на их границах постепенно отклонялась от первоначального идеального ориентационного соотношения  $\Sigma 3$ , что вело к их постепенному превращению в произвольные (не двойниковые) границы. Этот феномен иллюстрирован стрелкой на Рис. 7.2б; как следует из рисунка, данный процесс развивался неоднородно вдоль поверхности двойниковых границ. Подобный эффект нередко наблюдается при деформации гексагональных металлов [166] и был, вероятно, впервые описан в работе [167]. Причину этого явления легко понять 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 скольжения дислокаций, кристаллографические ориентировки обоих кристаллов изменяются, причем различным образом - вследствие действия разных наборов систем скольжения. Как следствие, должна неизбежно меняться разориентировка на разделяющей их границе.

Для статистического анализа этого любопытного явления были измерены отклонения реальной разориентировки на двойниковых границах от идеальной  $\Sigma 3$  (в пределах интервала Брендона), и полученные результаты представлены на Рис. 7.3б. Из него очевидно, что в Регионе 1 имело место массовое разрушение двойниковых границ. Этот

процесс способствовал расширению пика около  $60^\circ$  на распределении границ по углам разориентировки (Рис. 7.3а) и понижению удельной доли разориентировок  $\Sigma 3$  (Таблица 7.1).

### **7.1.2. Диапазон умеренных деформаций**

В Регионе 2 процесс формирования МУГ интенсифицировался (Рис. 7.2а), и их доля возросла до 56% (Таблица 7.1). Они по-прежнему тяготели к границам исходных зерен и двойников (Рис. 7.2а), однако их разориентировка возросла вплоть до  $15^\circ$  (Рис. 7.3а). Процесс деформационного разрушения двойниковых границ также усилился, что привело к существенному сокращению их удельной доли в микроструктуре (Таблица 7.1). Пример практически полностью трансформировавшейся границы двойника показан стрелкой на Рис. 7.2в.

Важнейшей особенностью микроструктуры в Регионе 2 было появление специфических «языков» вдоль границ исходных зерен; один из примеров выделен на Рис. 7.2в. Данный процесс был, очевидно, обусловлен повышением температуры по мере приближения к зоне перемешивания.

Образование зернограницных языков представляет собой один из базовых, «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  $\gamma_b$  - зернограницная энергия, а  $\Delta E$  - разница упругой энергии решеточных дислокаций по обе стороны от мигрирующей границы.

Формирование зернограницных «языков» способствовало значительному увеличению удельной поверхности БУГ в широком угловом диапазоне  $\sim 15^\circ$ - $55^\circ$  (Рис. 7.3а). Интересно отметить, что мигрирующие при образовании «языков» границы нередко оставляли позади себя двойники

отжига (выделено на Рис. 7.2в). Разориентировки на границах последних были очень близки к  $\Sigma 3$ , и это привело к некоторому росту фракции идеальных двойниковых границ на Рис. 7.3б.

### **7.1.3. Диапазон больших деформаций**

Микроструктура около внешнего края зоны перемешивания существенно усложнилась. Вследствие геометрического эффекта деформации исходные зерна были геометрически переориентированы и вытянуты, как показано на Рис. 7.2а, г. Удельная поверхность МУГ возросла, особенно в угловом интервале  $10^\circ$ - $15^\circ$  (Рис. 7.3а). Морфология МУГ тоже существенно изменилась, а пространственное распределение в масштабе размера зерна стало гораздо более однородным (Рис. 7.2г). На смену коротким и изогнутым МУГ, тяготеющим к границам зерен, пришли протяженные серии субграниц, пересекающих зерна на крупные фрагменты и нередко характеризующихся большеугловой разориентировкой (Рис. 7.2г). По своим морфологическим признакам, таким образом, данный процесс, фактически, соответствовал фрагментации микроструктуры [155, 159].

С другой стороны, дальнейшее развитие процесса формирования зернограницных «языков» и их последующая трансформация в мелкие равноосные зерна привели к формированию структуры «ожерелья» около вытянутых исходных зерен (Рис. 7.2г). Эти мелкие зерна были, как правило, полностью окаймлены БУГ, свободны от МУГ, но содержали двойники отжига (Рис. 7.2г); причем разориентировки на двойниковых границах были очень близки к идеальным  $\Sigma 3$  (Рис. 7.3б). Все эти морфологические признаки свидетельствовали о протекании в материале *прерывистой рекристаллизации* и сопутствующего ей двойникового отжига.

Таким образом, формирование микроструктуры в зоне перемешивания определялось конкурентным развитием двух процессов –

фрагментации и рекристаллизации. Представляет интерес, таким образом, выявление преобладающего из них.

В этой связи может быть полезным анализ спектра разориентировок на Рис. 7.3а. Как следует из него, в зоне перемешивания имело место существенное увеличение удельной поверхности БУГ. Также очевидно, что этот рост не был связан с постепенным смещением малоуглового пика в сторону большеугловых разориентировок, как того следовало бы ожидать при преобладании процесса фрагментации. Вместо этого имело место увеличение удельной поверхности БУГ во всем диапазоне возможных разориентировок. Исходя из этого, можно заключить, что основным источником БУГ было образование зернограничных «языков» и их последующее превращение в новые зерна - то есть, прерывистая рекристаллизация. Таким образом, именно этот механизм определял формирование зеренной структуры в зоне перемешивания. Подобный эффект при ОТП аустенитных сталей был также отмечен в работах [141, 142, 168].

Близость двойниковых разориентаций в зоне перемешивания к идеальному ориентационному соотношению  $\Sigma 3$  (Рис. 7.3б) заслуживает небольшого дополнительного обсуждения. Как было показано выше, двойниковые разориентировки быстро разрушаются в ходе пластической деформации. Таким образом, близость границ двойников в зоне перемешивания к  $\Sigma 3$  может означать, что эти двойники сформировались уже *после* ОТП, в ходе охлаждения материала до комнатной температуры. Как известно, аустенитные стали характеризуются относительно низкой теплопроводностью, и, таким образом, период остывания материала после обработки мог быть достаточно продолжительным для существенного изменения микроструктуры. Представляется вполне вероятным, таким образом, что прерывистая рекристаллизация в зоне перемешивания носила *метадинамический* характер.

## 7.2. Микроструктура в зоне перемешивания

### 7.2.1. Общая характеристика

Микроструктура внутри зоны перемешивания была исследована в 9 различных областях, как показано в Таблице 7.2. Во всех случаях микроструктуры были в значительной мере подобны друг другу. Было выявлено только небольшое увеличение среднего размера зерен в направлении к нижней части зоны перемешивания, а также относительно низкая доля двойниковых границ  $\Sigma 3$  в трех микроструктурных регионах (выделены серым цветом в таблице).

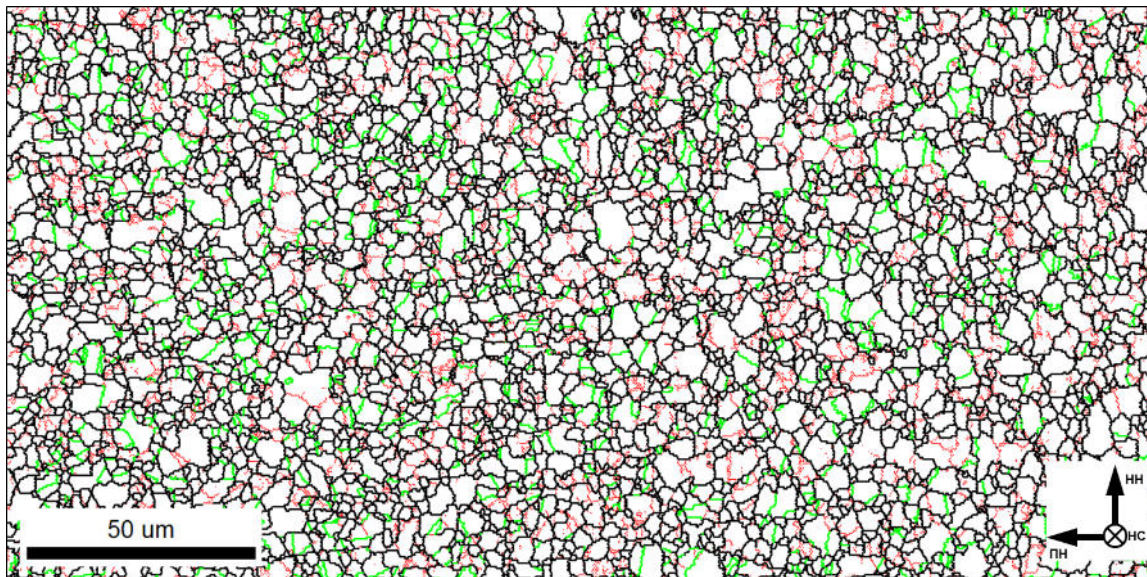
**Таблица 7.2.** Характеристики зеренной структуры в различных частях зоны перемешивания

Область внутри зоны перемешивания	Средний размер зерен (исключая двойниковые границы), мкм	Доля БУГ, %	Доля границ $\Sigma 3$ , %
Верхняя часть зоны перемешивания			
RS	3.2	75	12
Центр	3.2	76	13
AS	2.8	72	7
Средняя часть зоны перемешивания			
RS	3.8	81	14
Центр	4.2	74	13
AS	3.8	81	14
Нижняя часть зоны перемешивания			
RS	4.4	76	14
Центр	4.2	72	9
AS	4.3	73	10

**Примечание:** Микроструктурные области с относительно низкой долей двойниковых границ  $\Sigma 3$  выделены серым цветом

Высокоразрешающая EBSD-карта, иллюстрирующая типичную микроструктуру в зоне перемешивания, приведена на Рис. 7.4. Как следует из неё, микроструктура в первом приближении представляла собой совокупность относительно мелких (~1 мкм) и крупных (~10 мкм) зерен. Зерна, как правило, содержали субструктуру – либо МУГ, либо двойники отжига. Неоднородный характер микроструктуры, очевидно, являлся прямым следствием конкуренции двух процессов при её формировании – фрагментации и рекристаллизации, как отмечалось в предыдущем разделе. Представляет интерес, таким образом, разделение

структуры на рекристаллизованную и деформированную составляющие с целью более углубленного анализа процессов её образования.



**Рисунок 7.4.** Фрагмент EBSD-карты, иллюстрирующая типичную микроструктуру в зоне перемешивания. МУГ, БУГ и двойниковые границы  $\Sigma 3$  обозначены красными, черными и зелеными линиями соответственно.

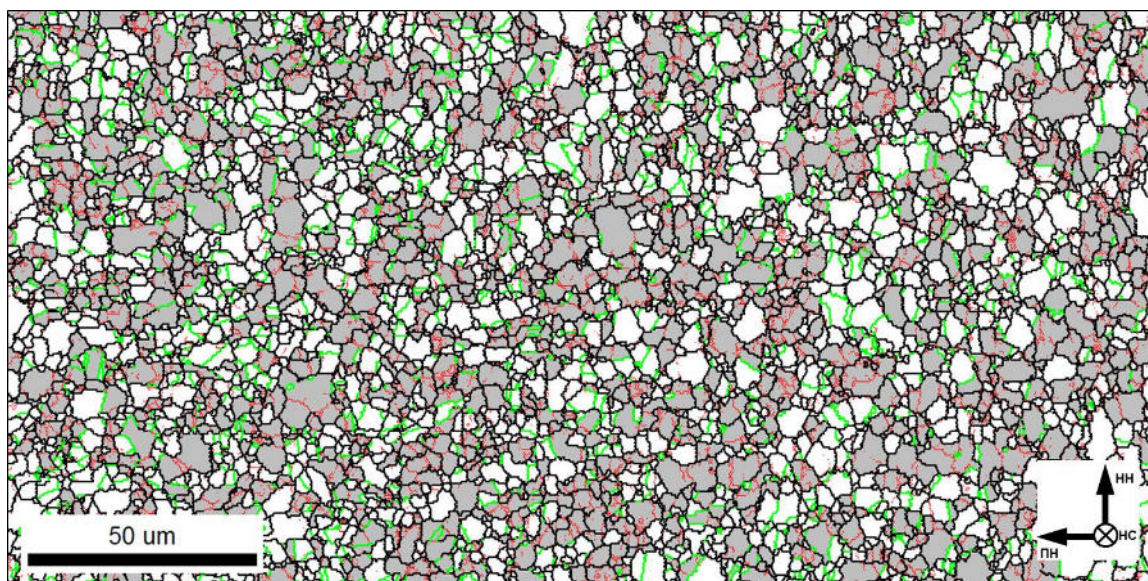
### ***7.2.2. Разделение микроструктуры на рекристаллизованную и деформированную составляющие***

Наличие развитой субструктуры и внутренних напряжений в деформированных кристаллах обычно ведет к появлению значительных градиентов ориентации, что отличает эти зерна от рекристаллизованной микроструктуры. Как показано в разделе 2.6, для выявления рекристаллизованной структуры посредством EBSD была разработана специальная методика, основанная на измерении постоянства кристаллографической ориентировки внутри зерен.

Типичная EBSD-карта, вычисленная на основе этой методики, представлена на Рис. 7.5. На данной карте деформированные зерна окрашены серым цветом, а рекристаллизованные – белым цветом. Как видно на рисунке, МУГ преимущественно концентрировались в деформированных областях, в то время как двойниковые границы – в рекристаллизованных. Данный результат является вполне ожидаемым,



что свидетельствует в пользу корректности предложенного метода разделения микроструктур.

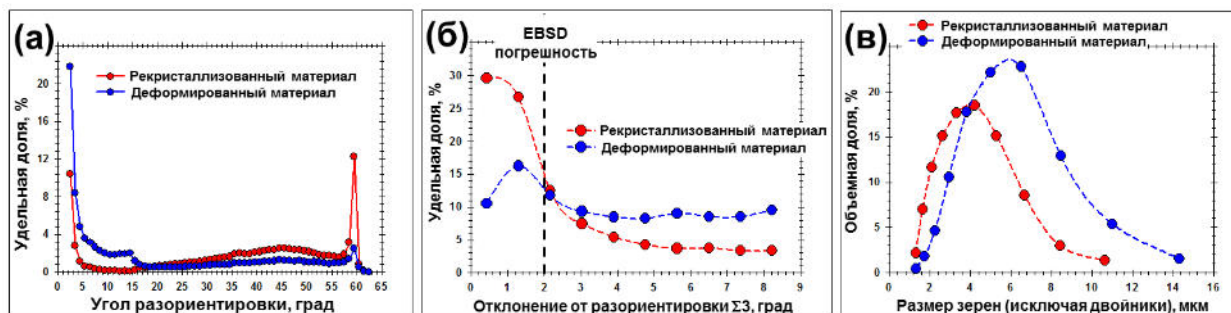


**Рисунок 7.5.** Разделение типичной микроструктуры в зоне перемешивания на рекристаллизованную и деформированную составляющие посредством EBSD. На приведенном фрагменте EBSD-карты белым/серым цветом обозначены зерна, в которых среднее варьирование кристаллографической ориентировки составляло менее/более  $2^\circ$ . МУГ, БУГ и двойниковые границы  $\Sigma 3$  обозначены красными, черными и зелеными линиями соответственно.

Для более углубленного анализа рекристаллизованной и деформированной фаз типичные параметры их зеренных структур были сопоставлены на Рис. 7.6. Как следует из Рис. 7.6а, действительно, основная доля МУГ приходилась на деформированный материал. С другой стороны, видно, что рекристаллизованные зерна также характеризовались наличием небольшой фракции МУГ. Это был весьма неожиданный результат, который пока не вполне понятен и требует проведения дополнительного исследования.

Как и ожидалось, границы двойников в основном соответствовали рекристаллизованному материалу, и их разориентировки, как правило, были очень близки к идеальной  $\Sigma 3$  (Рис. 7.6б). Таким образом, эти двойники представляли собой двойники отжига. Деформированные зерна также содержали небольшую долю двойников, однако разориентировки на их границах обычно существенно отклонялись от идеального

ориентационного соотношения (Рис. 7.6б). Можно предположить, таким образом, что это были остатки двойников исходной микроструктуры, уцелевшие в ходе деформации.



**Рисунок 7.6.** Сопоставление параметров рекристаллизованной и деформированной составляющих микроструктуры в зоне перемешивания: распределения границ по углам разориентировки (а), отклонения разориентировки на двойниковых границах от  $\Sigma 3$  (б) и распределения зерен по размерам (в).

Как следует из Рис. 7.6в, размер рекристаллизованных зерен был меньше, чем величина деформированных зерен. Таким образом, неоднородность микроструктуры в зоне перемешивания действительно была связана (отчасти, по крайней мере) с конкуренцией между процессами фрагментации и рекристаллизации при формировании зеренной структуры.

**Таблица 7.3.** Варьирование объемной доли рекристаллизованной микроструктуры в зоне перемешивания

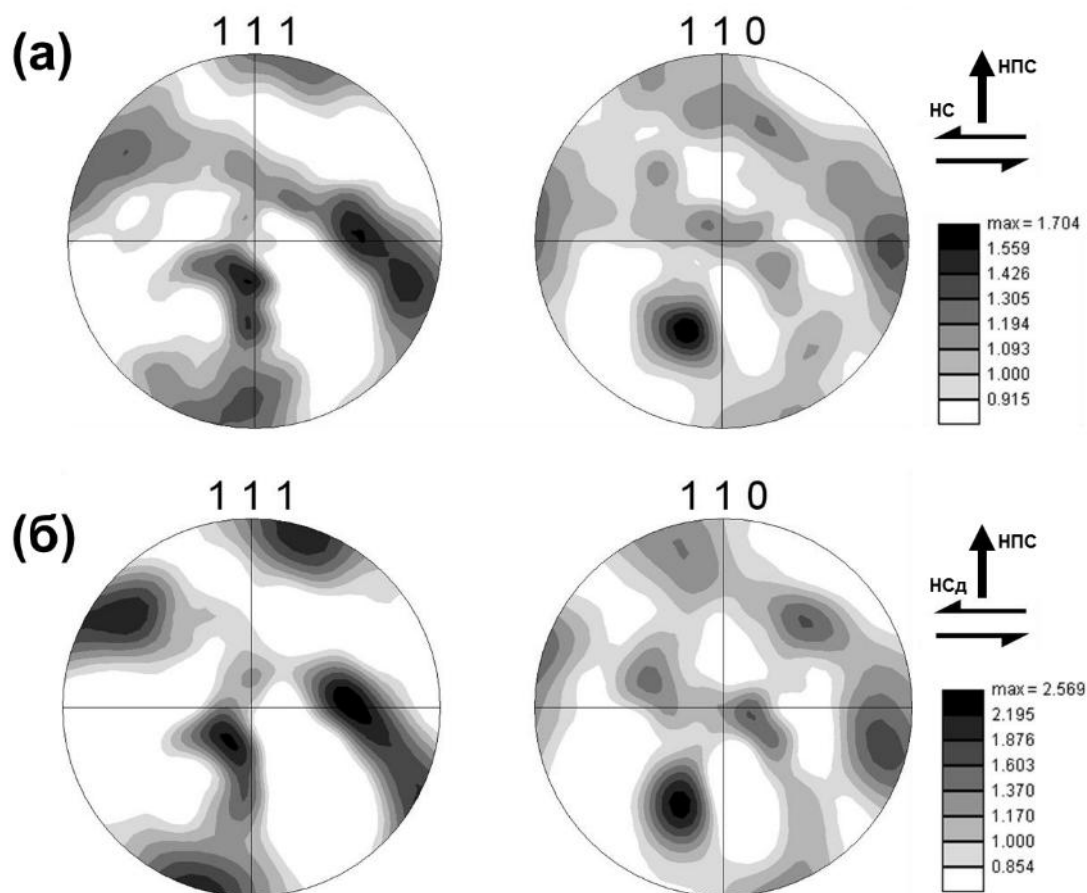
Область зоны перемешивания	RS	Центр	AS
Верхняя часть	55%	52%	31%
Центральная часть	53%	56%	51%
Нижняя часть	53%	43%	38%

**Примечание:** Микроструктурные области с относительно низкой долей рекристаллизованной микроструктуры выделены серым цветом

Варьирование объемной доли рекристаллизованной микроструктуры в различных частях зоны перемешивания приведено в Таблице 7.3. Видно, что три области (выделены серым цветом) были наименее рекристаллизованными. Примечательно, что эти области характеризуются относительно темным контрастом на оптическом снимке сварного шва (Рис. 7.1). Причины замедления процесса рекристаллизации в этих



микроструктурных регионах не ясны, и их прояснение требует проведения дальнейших исследований.



**Рисунок 7.7.** ППФ  $\{111\}$  и  $\{110\}$ , иллюстрирующие типичную текстуру в рекристаллизованной (а) и деформированной (б) составляющих микроstructures. НПС и НСд соответствуют нормали к плоскости сдвига и направлению сдвига.

На Рис. 7.7 показаны типичные текстуры в рекристаллизованной и деформированной составляющих структуры. Из рисунка очевидно, что обе текстуры были в значительной мере подобны друг другу. В обоих случаях сформировавшаяся текстура представляла собой суперпозицию аксиальных текстур  $\{111\}\langle uvw \rangle$  и  $\{hkl\}\langle 110 \rangle$  и компоненты  $\bar{A}(\bar{1}1\bar{1})[\bar{1}\bar{1}0]$  идеальной текстуры простого сдвига. Выявленное сходство текстур в обеих фазах было, скорее всего, связано с наследованием текстуры деформированной матрицы в ходе роста зародышей рекристаллизации.

Как было показано на Рис. 7.2а-в, деформационные процессы на начальном этапе пластического течения преимущественно концентрировались в областях, примыкавших к границам исходных зерен. Соответственно, формирование текстуры простого сдвига также в первую очередь имело место в приграничных районах. Поскольку рекристаллизационные зародыши появлялись посредством формирования зернограничных «языков» (Рис. 7.2в), они вполне могли наследовать кристаллографическую ориентировку матрицы в приграничных областях. С другой стороны, интенсивное двойникование отжига, имевшее место в ходе рекристаллизации (Рис. 7.2г), способствовало некоторому размытию текстуры в рекристаллизованной фазе (Рис. 7.7).

### **7.3. Выводы по главе**

В данной главе была рассмотрена эволюция микроструктуры в ходе высокотемпературной ОТП ГЦК-металлов на примере супераустенитной стали. Было показано, что формирование зеренной структуры представляло собой довольно сложный процесс. На периферии зоны термомеханического влияния было зафиксировано отклонение разориентировок на границах исходных двойников отжига от первоначального ориентационного соотношения  $\Sigma 3$ . Развитие этого процесса привело к трансформации двойниковых границ в произвольные БУГ. По мере приближения к зоне перемешивания было выявлено интенсивное формирование границ деформационного происхождения, а также появление «языков» вдоль границ исходных зерен. Было показано, что формирование конечной микроструктуры в зоне перемешивания в основном связано с прерывистой рекристаллизацией, однако геометрический эффект деформации и фрагментация также внесли свой вклад.

Показано, что зародыши рекристаллизации формировались по механизму образования зернограничных «языков». В ходе этого процесса

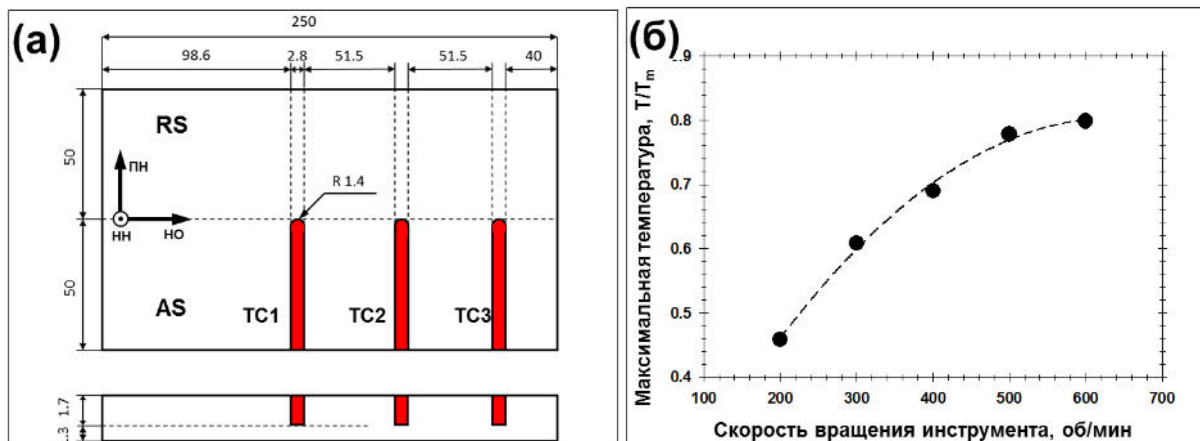
они наследовали кристаллографическую ориентировку приграничных районов деформированной матрицы. Рекристаллизация сопровождалась интенсивным формированием двойников отжига. Было предположено, что рекристаллизация имела метадинамический характер и в основном протекала в ходе охлаждения материала до комнатной температуры после ОТП.

Рекристаллизационный процесс в зоне перемешивания был не завершен, и конечная микроструктура, таким образом, представляла собой совокупность рекристаллизованной и деформированной составляющих. В данной микроструктуре МУГ преимущественно концентрировались в деформированных зернах, в то время как двойники отжига соответствовали рекристаллизованному материалу.

## ГЛАВА 8

### ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ОБРАБОТКИ НА ФОРМИРОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ В ГЦК МЕТАЛЛАХ С НИЗКОЙ ЭДУ

Как отмечено в предыдущей главе, эволюция микроструктуры в ходе ОТП ГЦК металлов с низкой ЭДУ в значительной мере определяется развитием прерывистой рекристаллизации. В данной главе рассмотрено влияние температуры обработки на этот процесс. В качестве материала исследования была использована латунь Cu-30Zn (Таблица 2.4) в хорошо отожженном состоянии. Для измерения температуры, термопары были помещены непосредственно в зону перемешивания, как показано на рис. 8.1а. Варьирование температуры ОТП достигалось посредством изменения скорости вращения сварочного инструмента, как иллюстрировано на рис. 8.1б. Другие подробности эксперимента изложены в работе [169].

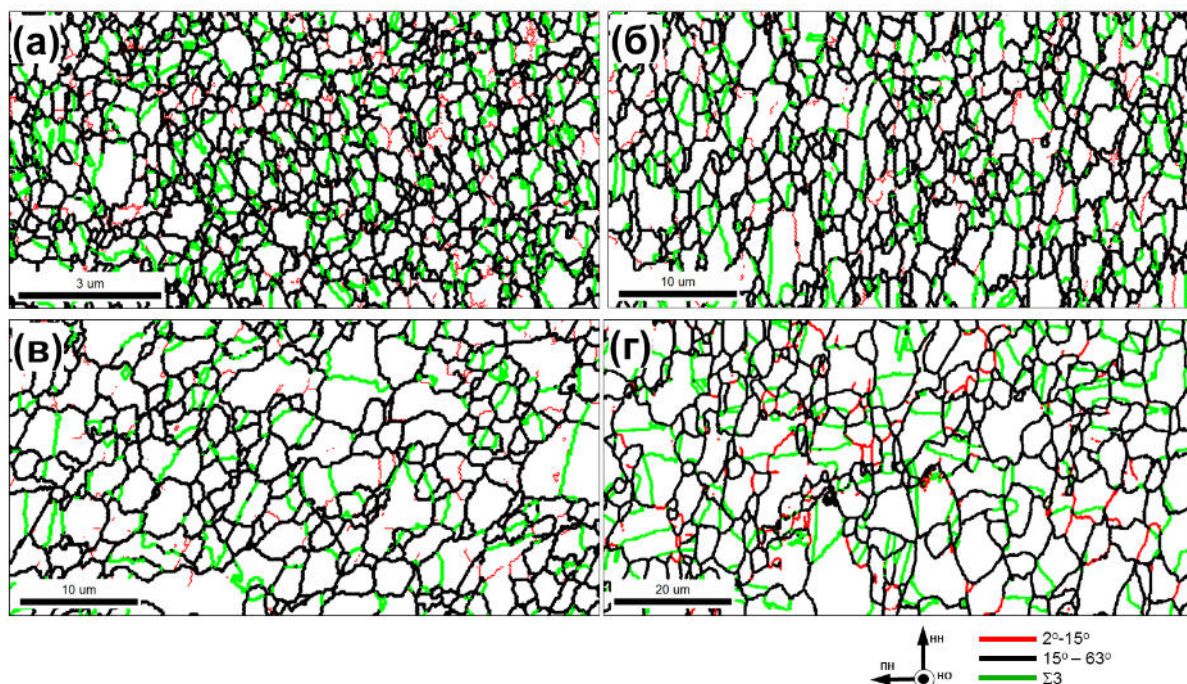


**Рисунок 8.1.** Схема, иллюстрирующая измерение температуры в ходе ОТП сплава Cu-30Zn (а), и влияние скорости вращения сварочного инструмента на максимальную температуру ОТП (б). Примечание: TC1, TC2 и TC2 соответствуют термопарам №№ 1, 2 и 3.

#### 8.1. Микроструктура в зоне перемешивания

Влияние температуры обработки на микроструктуры, образовавшиеся в зоне перемешивания, приведено на Рис. 8.2. На EBSD картах, представленных на данном рисунке, МУГ, БУГ и двойниковые границы  $\Sigma 3$  обозначены красными, черными и зелеными линиями, соответственно.

Некоторые статистические параметры сформировавшихся микроструктур приведены на Рис. 8.3.



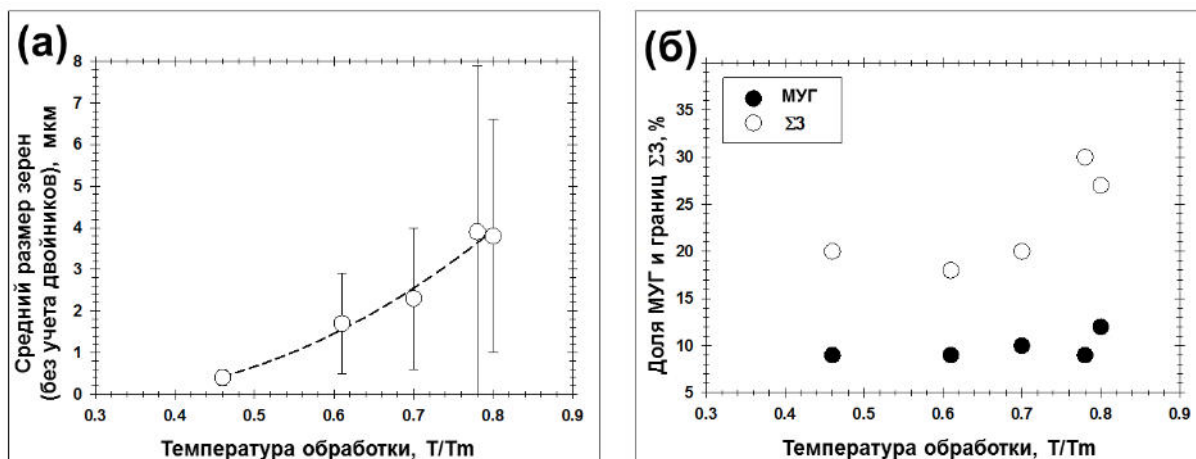
**Рисунок 8.2.** Фрагменты EBSD карт, иллюстрирующие микроструктуру в зоне перемешивания, сформировавшуюся в результате обработки при температуре  $0,46 T_m$  (а),  $0,61 T_m$  (б),  $0,70 T_m$  (в) и  $0,80 T_m$  (г). Примечание: цветовой код границ разориентации приведен в правом нижнем углу рисунка.

При минимальной температуре обработки  $0,46T_m$  имело место формирование субмикроструктуры со средним размером зерен  $\sim 0,4$  мкм (Рис. 8.2а и 8.3а). Зерна характеризовались равноосной морфологией (Рис. 8.2а) и высоким содержанием двойников отжига (Рис. 8.3б), в то время как доля МУГ не превышала 10% (Рис. 8.3б).

Повышение температуры ОТП до  $\sim 0,8T_m$  способствовало росту среднего размера зерен до  $\sim 3$  мкм (Рис. 8.3а) и увеличению фракции двойниковых границ до 30% (Рис. 8.3б). С другой стороны, морфология микроструктуры и доля МУГ не претерпели существенных изменений (Рис. 8.2б-г, 8.3б).

Равноосная форма зерен, низкое содержание МУГ и высокая концентрация двойников отжига косвенно свидетельствовали о протекании в материале рекристаллизации. Данное предположение согласуется с

работой [170], в которой посредством просвечивающей электронной микроскопии была выявлена низкая плотность дислокаций в зоне перемешивания сплава Cu-30Zn. В последующих двух разделах исследованы особенности рекристаллизационного процесса при относительно низких и высоких температурах обработки.



**Рисунок 8.3.** Влияние температуры обработки на средний размер зерен (а) и долю МУГ и границ двойников отжига Σ3 (б) в зоне перемешивания. На рис. (а) погрешность соответствует среднеквадратичному отклонению.

## 8.2. Эволюция микроструктуры при низкой температуре

Для изучения процесса структурообразования при относительно низких температурах, были проанализированы микроструктурные изменения в зоне термомеханического влияния в образце, обработанном при температуре  $0,46T_m$ . С этой целью было снято несколько EBSD карт на различных расстояниях от зоны перемешивания, как показано на Рис. 8.4 и 8.5. На данных картах МУГ, БУГ и двойниковые границы Σ3 обозначены красными, черными и зелеными линиями, соответственно.

В исходном материале микроструктура была представлена относительно крупными (~100 мкм) зернами с высоким содержанием двойников отжига и низкой долей МУГ (Рис. 8.4а). На периферии деформационной зоны имело место интенсивное формирование МУГ, которые в основном тяготели к границам исходных зерен и двойников (Рис. 8.4б). Как и в случае, рассмотренном в предыдущей главе, также было



отмечено отклонение разориентировок на границах исходных двойников и их последующая трансформация в произвольные БУГ (Рис. 8.4б).

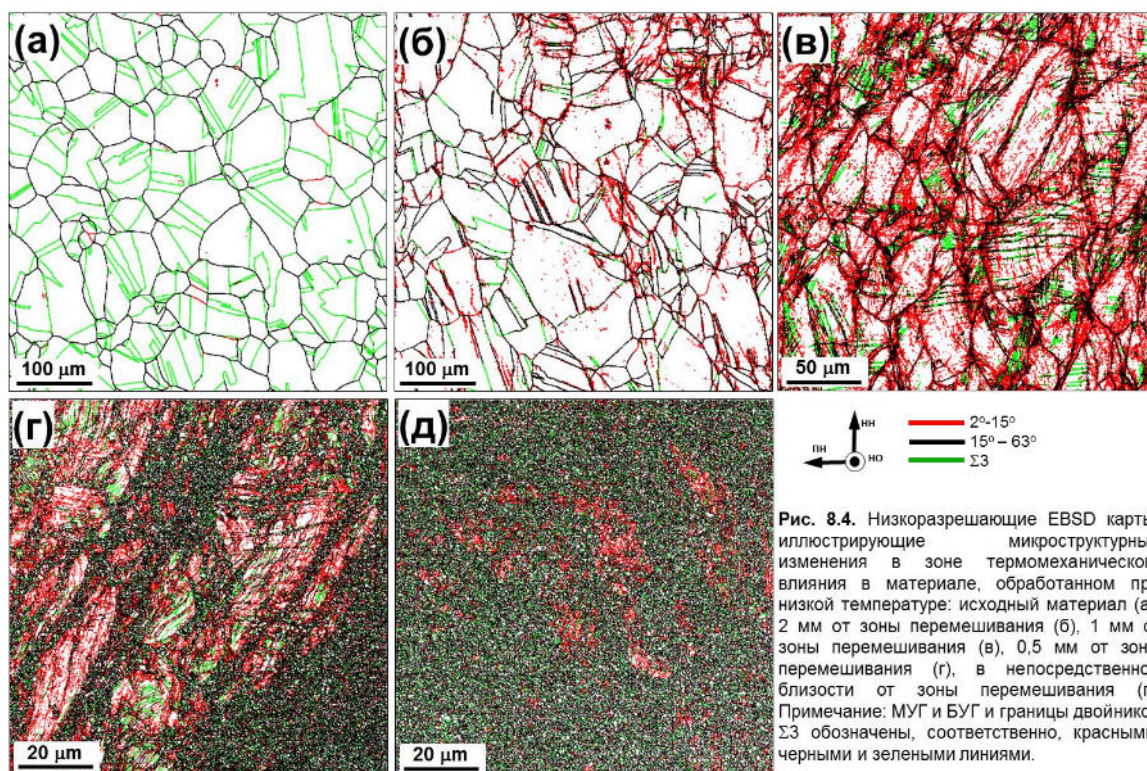
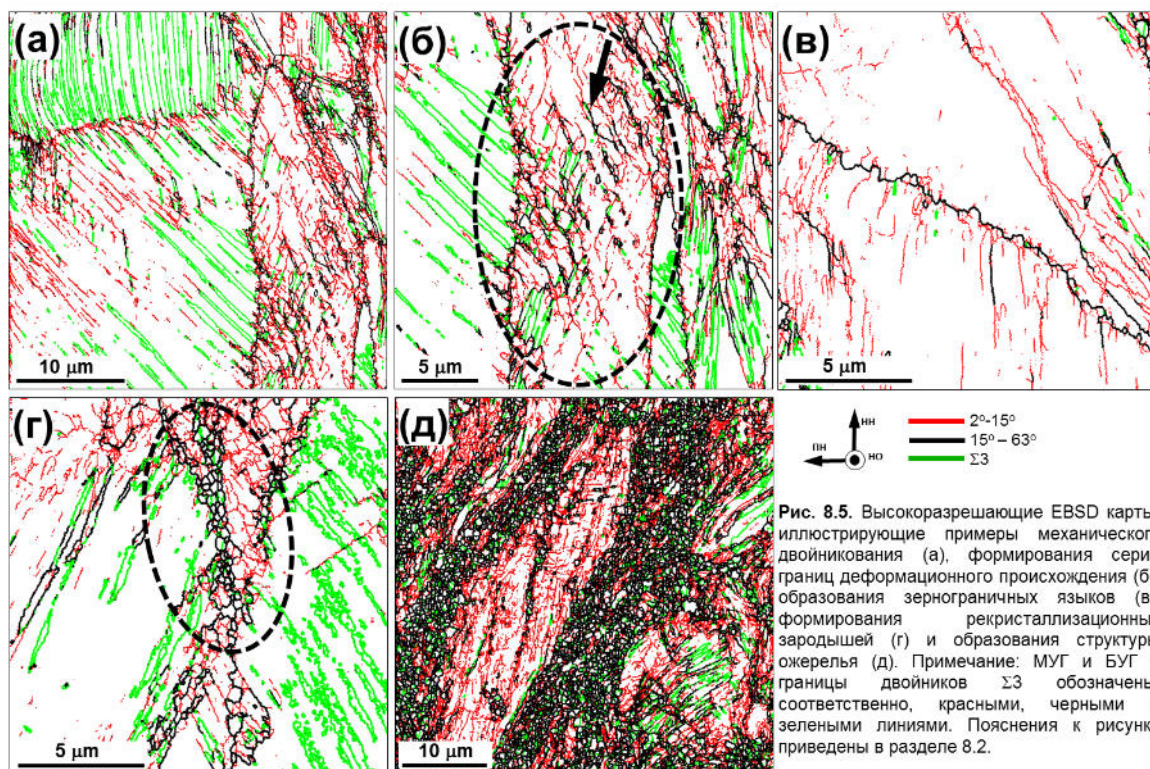


Рис. 8.4. Низкоразрешающие EBSD карты, иллюстрирующие микроструктурные изменения в зоне термомеханического влияния в материале, обработанном при низкой температуре: исходный материал (а), 2 мм от зоны перемешивания (б), 1 мм от зоны перемешивания (в), 0,5 мм от зоны перемешивания (г), в непосредственной близости от зоны перемешивания (д). Примечание: МУГ и БУГ и границы двойников  $\Sigma 3$  обозначены, соответственно, красными, черными и зелеными линиями.

По мере продвижения вглубь переходной зоны и соответствующего увеличения деформации был отмечен существенный рост концентрации МУГ (Рис. 8.4в). В структуре было также обнаружено появление серий узких линзообразных двойников (Рис. 8.5а), свидетельствующих об активизации *механического двойникования*.

В некоторых зернах было выявлено формирование серий протяженных границ деформационного происхождения (выделено на Рис. 8.5б). На некоторых сегментах подобных границ разориентировка превысила  $15^\circ$  (стрелка на Рис. 8.5б), и последние, таким образом, трансформировались в БУГ. Появление данных элементов микроструктуры свидетельствовало о развитии *фрагментации*. Следует, впрочем, подчеркнуть, что доля фрагментированных зерен была очень низкой и, таким образом, представляется маловероятным, что этот механизм играл существенную роль в эволюции микроструктуры.





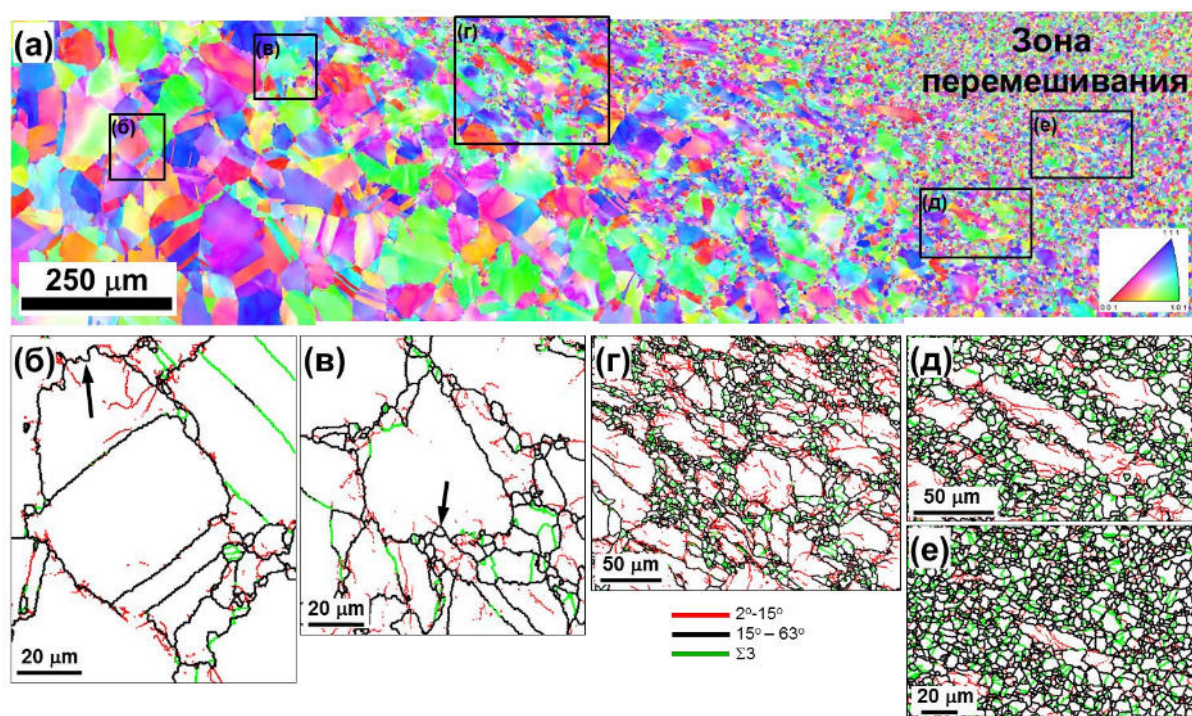
С другой стороны, в структуре было также отмечено появление зернограницных язычков вдоль границ исходных зерен и двойников (Рис. 8.5в). Дальнейшее развитие процесса локальной миграции границ привело к формированию рекристаллизационных зародышей; последние нередко содержали в себе двойники отжига (выделено на Рис. 8.5г). Данные микроструктурные признаки свидетельствовали о протекании начального этапа *прерывистой рекристаллизации*.

По мере приближения к зоне перемешивания было выявлено значительное вытягивание исходных зерен (Рис. 8.4г), обусловленное геометрическим эффектом деформации. Доля рекристаллизованных зерен существенно выросла, отмечено формирование характерной структуры ожерелья (Рис. 8.4г и 8.5д). В непосредственной близости от зоны перемешивания рекристаллизованные зерна стали доминирующим элементом структуры, практически полностью поглотив остатки крупных деформированных зерен (Рис. 8.4д) и сформировав окончательную микроструктуру ОТП зоны (Рис. 8.2а).

Таким образом, несмотря на активизацию механического двойникования и фрагментации, основным механизмом эволюции микроструктуры являлась *прерывистая рекристаллизация*.

### 8.3. Эволюция микроструктуры при высокой температуре

Для изучения эволюции микроструктуры при относительно высокой температуре, были проанализированы микроструктурные изменения в зоне термомеханического влияния в образце, обработанном при температуре  $0,80T_m$ . Соответствующая EBSD карта приведена на рис. 8.6а.



**Рис. 8.6.** EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру в зоне термомеханического влияния, сформировавшуюся в материале, обработанном при высокой температуре (а), с выделенными участками, показанными при большем увеличении на рис. (б), (в), (г), (д) и (е). На рис. (а) зерна окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления нормали; цветовой код ориентировок приведен в правом нижнем углу рисунка. На рис. (б)-(д), МУГ, БУГ и двойниковые границы  $\Sigma 3$  обозначены красными, темными и зелеными линиями, соответственно. Подробности приведены в разделе 8.3.

Картина эволюции микроструктуры была в значительно мере подобна выявленной при низкотемпературной обработке. На периферии деформационной зоны имело место деформационное разрушение исходных двойников отжига и формирование МУГ вдоль исходных границ

зерен (Рис. 8.6б). Также было отмечено интенсивное образование зернограничных языков (пример отмечен стрелкой на Рис. 8.6б).

По мере приближения к зоне перемешивания, зернограничные языки трансформировались в рекристаллизационные зародыши (пример указан стрелкой на Рис. 8.6в). Дальнейшее развитие этого процесса привело к формированию структуры ожерелья (Рис. 8.6г). Как и ожидалось, рекристаллизованные зерна обычно содержали двойники отжига (Рис. 8.6г). В непосредственной близости от зоны перемешивания исходные зерна значительно вытянулись вследствие геометрического эффекта деформации (Рис. 8.6д) и впоследствии были постепенно поглощены рекристаллизованной структурой (Рис. 8.6е).

Таким образом, формирование микроструктуры в ходе ОТП во всем исследованном диапазоне температур ( $0,46-0,80T_m$ ) определялось развитием прерывистой рекристаллизации. Это объясняет формирование рекристаллизованной микроструктуры в зоне перемешивания (Рис. 8.2 и 8.3б). Таким образом, выявленное укрупнение зеренной структуры с увеличением температуры обработки (Рис. 8.3а) было, скорее всего, связано с увеличением размера зернограничных языков (Рис. 8.5в и 8.6б), то есть, фактически, с повышением подвижности границ зерен.

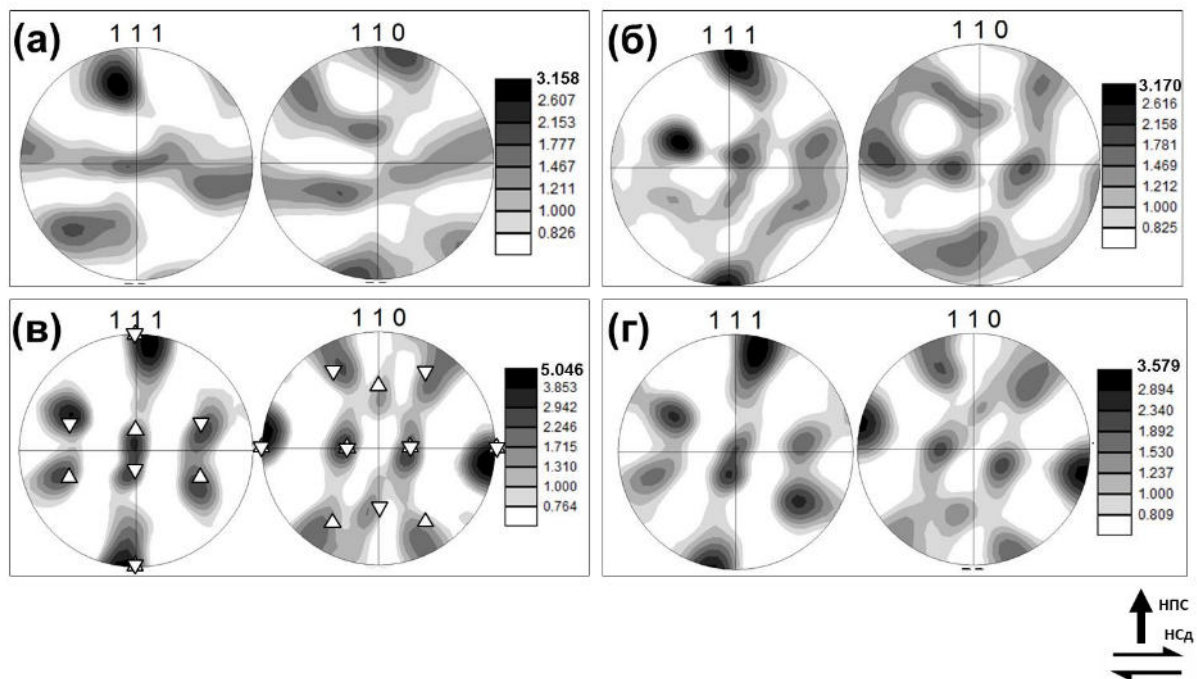
Можно предположить, что понижение температуры ОТП ниже исследованного диапазона будет способствовать возрастанию роли механического двойникования и фрагментации и, таким образом, принципиальному изменению картины эволюции микроструктуры. Однако подобная низкотемпературная обработка обычно ведет к образованию многочисленных дефектов или даже к разрушению образца и поэтому в настоящее время не пригодна для использования.



## 8.4. Текстура в зоне перемешивания

С целью исследования влияния температуры обработки на характер пластического течения, были построены ППФ для центральной части зоны перемешивания различных образцов, как показано на рис. 8.7.

Текстура, сформировавшаяся при температуре  $0,46T_m$ , была очень размытой (Рис. 8.7а). С некоторым приближением её можно было интерпретировать как текстуру простого сдвига типа  $A_1^* / A_2^* \{111\} \langle 112 \rangle$  (Рис. 4.2а). С увеличением температуры обработки было отмечено преобладание компоненты типа  $A / \bar{A} \{111\} \langle 110 \rangle$ , а также уменьшение ориентационного размытия и повышение четкости текстуры (Рис. 8.7б-г).



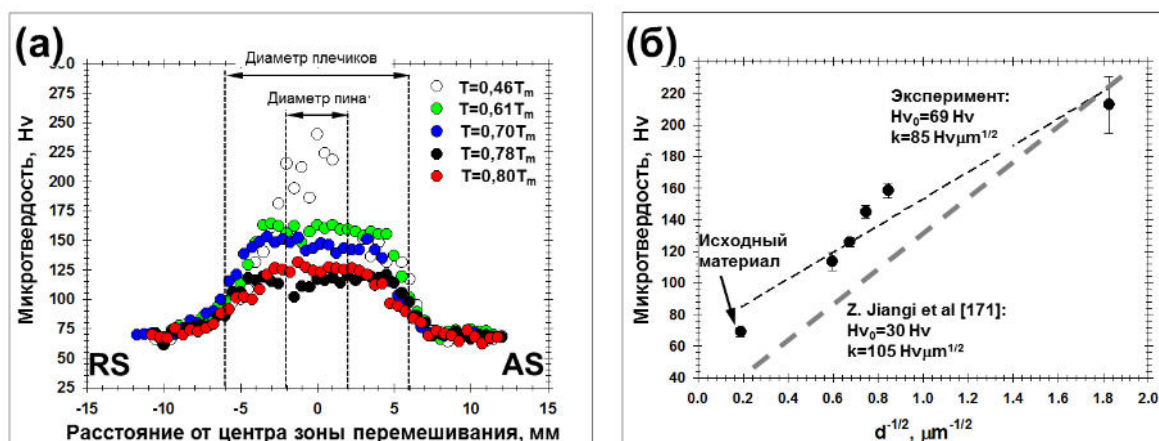
**Рисунок 8.7.** ППФ (111) и (110), иллюстрирующие текстуру в центральной части зоны перемешивания, сформировавшуюся при температуре ОТП  $0,46T_m$  (а),  $0,70T_m$  (б),  $0,78T_m$  (в) и  $0,80T_m$  (г). Примечание: НПС и НСд соответствуют направлению нормали к плоскости сдвига и направлению сдвига. На рис. (в), треугольниками обозначены ориентировки  $A / \bar{A} \{111\} \langle 110 \rangle$ .

Как отмечалось в главе 4, формирование текстуры типа  $A / \bar{A} \{111\} \langle 110 \rangle$  часто имеет место ОТП материалов с низкой ЭДУ и, как предполагается, данный факт обусловлен затруднением двойного поперечного скольжения. С другой стороны, также следует подчеркнуть, что данная текстурная компонента характеризуется относительно низким

фактором Тейлора [164]. Таким образом, её образование следует ожидать в равноосной зеренной структуре, для которой условия совместности деформации являются жесткими [163]. Иными словами, образование текстуры типа  $A/\bar{A}\{111\}\langle 110 \rangle$  также может быть связано с развитием прерывистой рекристаллизации и сопутствующим формированием равноосных зерен.

### 8.5. Прочность материала в зоне перемешивания

Для изучения влияния температуры ОТП на прочность материала были измерены профили микротвердости, как показано на Рис. 8.8а. С целью выявления возможного соответствия между микротвердостью и средним размером зерен в зоне перемешивания, полученные результаты были проанализированы в рамках соотношения Холла-Петча (Рис. 8.8б).



**Рис. 8.8.** Влияние температуры обработки на профиль микротвердости (а) и анализ соответствия между средним размером зерен и средней микротвердостью в зоне перемешивания в рамках соотношения Холла-Петча (б). Погрешность на рис. (б) соответствует среднеквадратичному отклонению. Подробности приведены в разделе 8.5.

Как очевидно из Рис. 8.8а, обработка во всем исследованном температурном интервале вела к упрочнению материала. Более того, из Рис. 8.8б следует, что соотношение между микротвердостью и средним размером зерен в первом приближении можно было описать в рамках зависимости Холла-Петча. Таким образом, упрочняющий эффект был, скорее всего, обусловлен измельчением зеренной структуры в ходе ОТП

(Рис. 8.4 и 8.6). Следует отметить, что экспериментальные данные характеризовались существенным разбросом (Рис. 8.8б). Данный эффект, по-видимому, был связан со значительным среднеквадратичным отклонением размеров зерен (Рис. 8.3а).

Важно подчеркнуть, что экспериментально измеренные параметры соотношения Холла-Петча отличались от литературных данных (Рис. 8.8б). Это расхождение может быть связано как с ограниченной статистикой измерений в данной работе (только 6 экспериментальных точек), так и с различными исследованными интервалами размеров зерен (4-100 мкм в работе [171] и 0,3-28 мкм в ОТП материале).

### 8.6. Выводы по главе

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

1) Во всем исследованном диапазоне температур основным механизмом, определявшим эволюцию микроструктуры, являлась прерывистая рекристаллизация. Это способствовало формированию полностью рекристаллизованной микроструктуры, характеризовавшейся 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  $0,46T_m$  дополнительно отмечена активизация механического двойникования и фрагментации, однако вклад этих механизмов в структурообразование был относительно мал.

2) В диапазоне температур  $\sim 0,6-0,8T_m$  выявлено формирование текстуры простого сдвига типа  $A/\bar{A}\{111\}\langle 110 \rangle$  в зоне перемешивания. Предположено, что преобладание данной текстурной компоненты было связано как затруднением двойного поперечного скольжения, так и с

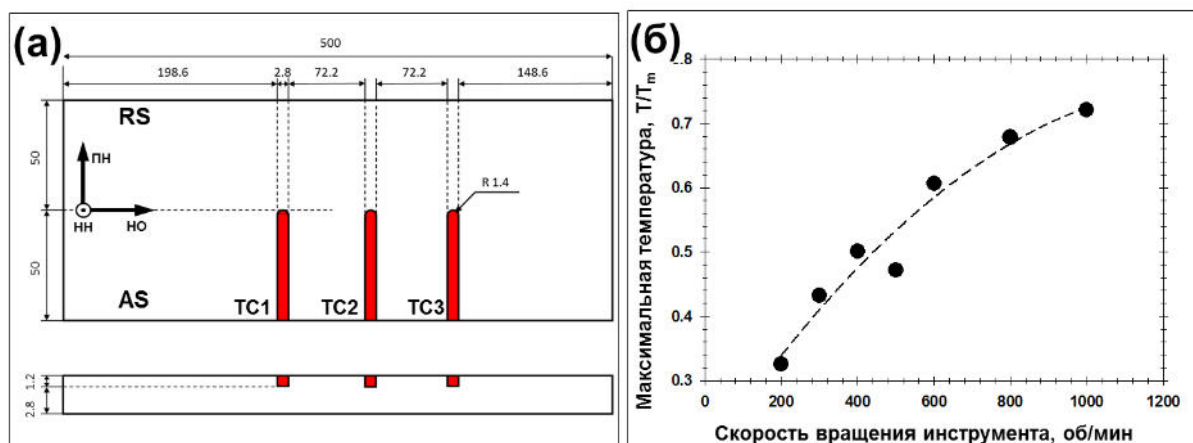
равноосной морфологией формирующейся зеренной структуры, которая налагала жесткие условия обеспечения совместности деформаций.

3) Во всех случаях, ОТП вело к радикальному измельчению микроструктуры и соответствующему повышению прочности материала.



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

Как показано в предыдущих главах, характер эволюции микроструктуры в ходе обработки ГЦК металлов в значительной мере зависит от величины ЭДУ. При относительно высокой ЭДУ (например, в технически чистом алюминии) формирование микроструктуры определяется процессом фрагментации. При относительно низкой ЭДУ (например, в аустенитных сталях и латунях) ключевую роль играет прерывистая рекристаллизация.



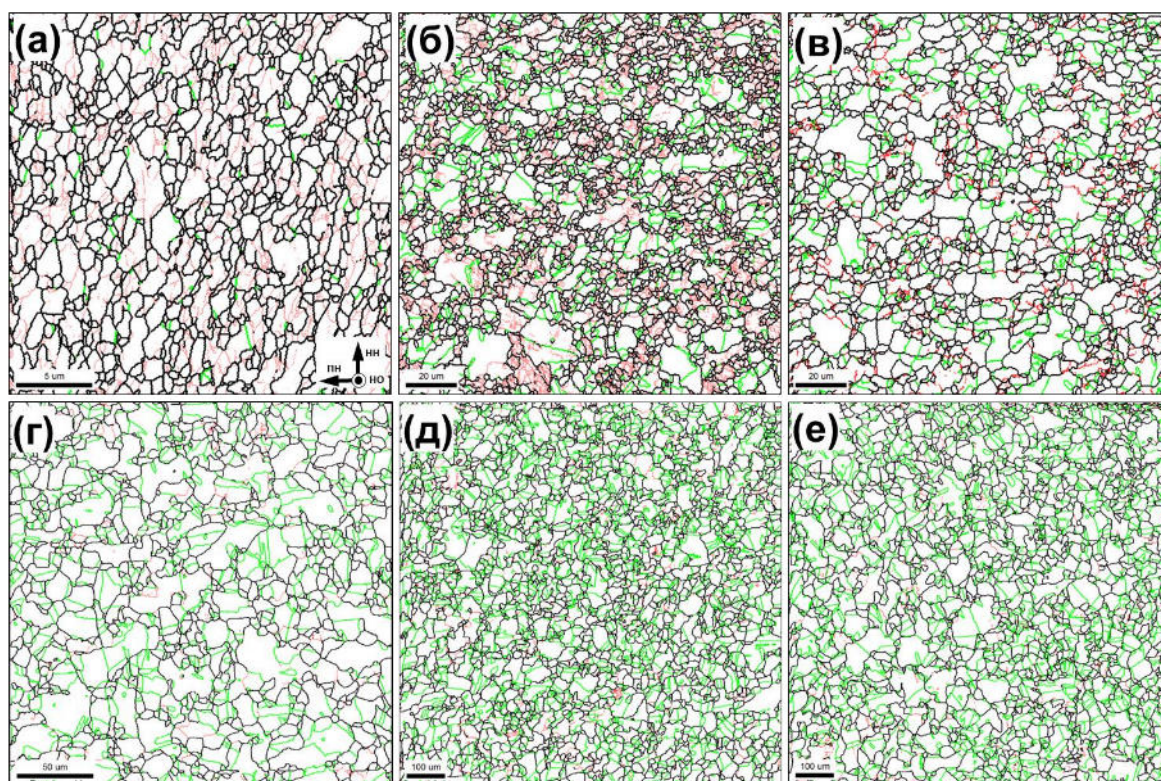
**Рисунок 9.1.** Схема, иллюстрирующая измерение температуры в ходе ОТП технически чистой меди (а), и влияние скорости вращения сварочного инструмента на максимальную температуру ОТП (б). Примечание: TC1, TC2 и TC3 на рис. (а) соответствуют термопарам №№ 1, 2 и 3

В данной главе рассмотрено поведение металлов с промежуточной величиной ЭДУ на примере технически чистой меди (Таблица 2.4) в нагартованном состоянии. Процесс формирования микроструктуры в ходе ОТП исследовался в широком температурном интервале от  $0,33T_m$  до  $0,72T_m$ . Для контроля температуры в ходе обработки, термопары были помещены непосредственно в зону перемешивания, как показано на Рис. 9.1а. Варьирование температуры ОТП достигалось посредством изменения скорости вращения сварочного инструмента, как

иллюстрировано на рис. 9.1б. Другие подробности эксперимента изложены в работе [172].

### 9.1. Микроструктура в зоне перемешивания

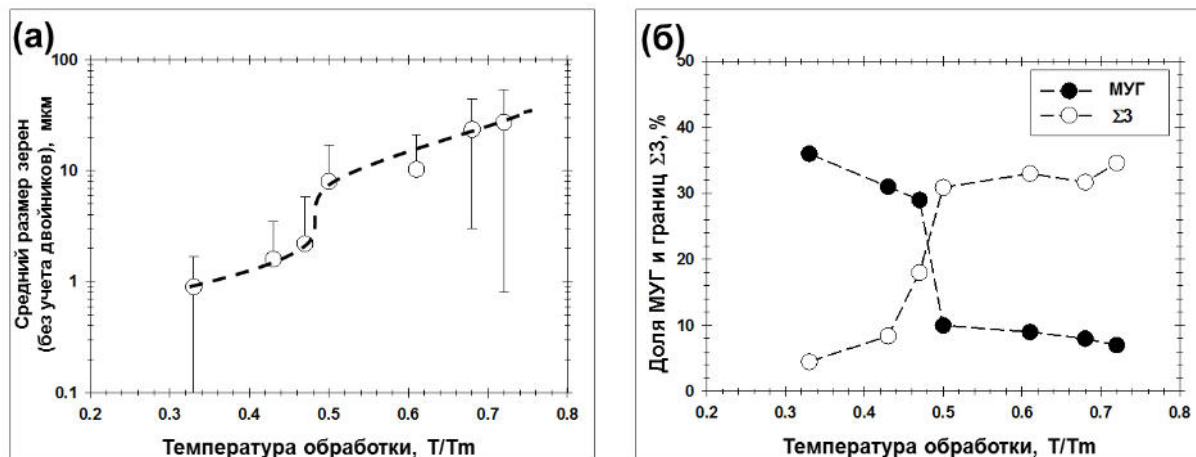
Влияние температуры обработки на микроструктуру, образовавшуюся в зоне перемешивания, приведено на Рис. 9.2. На EBSD картах, представленных на данном рисунке, МУГ, БУГ и двойниковые границы  $\Sigma 3$  обозначены красными, черными и зелеными линиями, соответственно. Некоторые статистические параметры сформировавшихся микроструктур приведены на Рис. 9.3.



**Рисунок 9.2.** Фрагменты EBSD карт, иллюстрирующие микроструктуру в зоне перемешивания, сформировавшуюся в результате обработки при температуре  $0,33T_m$  (а),  $0,43T_m$  (б),  $0,47T_m$  (в),  $0,50T_m$  (г),  $0,68T_m$  и  $0,72T_m$ . Примечание: МУГ, БУГ и границы двойников  $\Sigma 3$  обозначены красными, черными и зелеными линиями, соответственно. Система координат для всех карт приведена в правом нижнем углу рис. (а)

При минимальной температуре обработки  $0,33T_m$  имело место формирование микрокристаллической структуры со средним размером зерен  $\sim 1$  мкм (Рис. 9.2а и 9.3а). Зерна характеризовались равноосной морфологией и содержали развитую субструктуру (Рис. 9.2а); доля МУГ

составляла около 37% от общей поверхности границ разориентации (Рис. 9.3б). В микроструктуре также было выявлено небольшое содержание двойниковых границ  $\Sigma 3$  (Рис. 9.3б).



**Рисунок 9.3.** Влияние температуры обработки на средний размер зерен (а) и долю МУГ и границ двойников отжига  $\Sigma 3$  (б) в зоне перемешивания. На рис. (а) погрешность соответствует среднеквадратичному отклонению.

Повышение температуры обработки до  $0,43T_m$  и далее до  $0,47T_m$  привело к образованию бимодальной структуры, представлявшей собой совокупность относительно мелких и крупных зерен (Рис. 9.2б-в). Мелкозернистая составляющая этой микроструктуры характеризовалась повышенным содержанием МУГ и в целом была похожа на структуру, выявленную при низкотемпературной обработке (Рис. 9.2а). Относительно крупные зерна, напротив, были практически свободны от МУГ, но зато содержали двойники отжига. Специфическая морфология микроструктуры позволила предположить, что материал испытал частичную рекристаллизацию по механизму зарождения и последующего роста рекристаллизационных зародышей. Данный процесс способствовал увеличению среднего размера зерен (Рис. 9.3а), а также уменьшению доли МУГ и росту содержания границ двойников отжига  $\Sigma 3$  (Рис. 9.3б).

Микроструктура, сформировавшаяся при температуре  $0,50T_m$ , была полностью рекристаллизованной (Рис. 9.2г). Завершение рекристаллизационного процесса привело к резкому укрупнению среднего

размера зерен (Рис. 9.3а), падению доли МУГ и росту фракции двойниковых границ  $\Sigma 3$  (Рис. 9.3б).

Дальнейшее увеличение температуры обработки до  $0,72T_m$  не сопровождалось существенными изменениями в морфологии микроструктуры (Рис. 9.2г-е) или содержании МУГ и двойниковых границ  $\Sigma 3$  (Рис. 9.3б). С другой стороны, средний размер зерен почти утроился, достигнув  $\sim 30$  мкм (Рис. 9.3а).

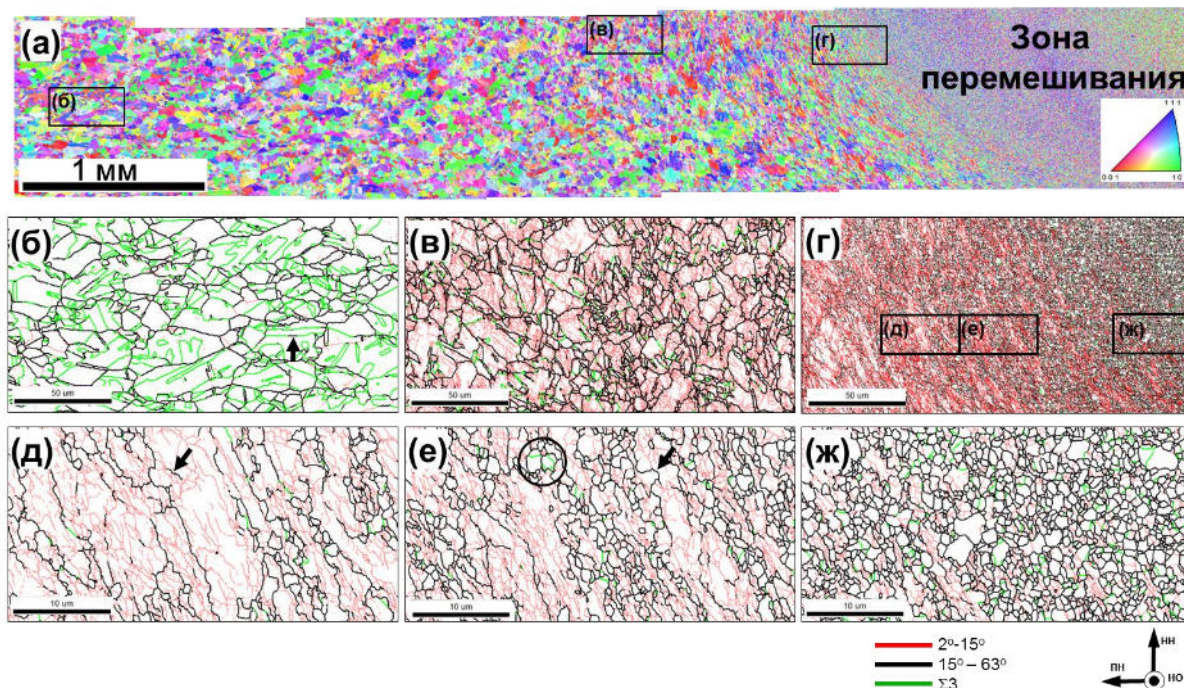
Полученные результаты в целом согласуются с литературными данными [173]. Основываясь на них, было предположено, что процессы структурообразования при относительно низких ( $<0,5T_m$ ) и высоких ( $>0,5T_m$ ) температурах были различными. Для проверки данной гипотезы была исследована эволюция микроструктуры в этих двух температурных интервалах.

## **9.2. Эволюция микроструктуры при низких температурах**

Для изучения процесса структурообразования при относительно низких температурах, были проанализированы микроструктурные изменения в зоне термомеханического влияния в образце, обработанном при температуре  $0,33T_m$ . Соответствующая EBSD карта приведена на рис. 9.4а. Ряд участков этой карты показан при большем увеличении на Рис. 9.4б-ж.

Микроструктура исходного материала была в основном представлена относительно крупными ( $\sim 50$  мкм) зернами, содержащими двойники отжига (Рис. 9.4б). Интересно отметить, что разориентировки на двойниковых границах нередко отличались от идеального соотношения  $\Sigma 3$ , а в некоторых случаях даже находились за пределами интервала Брендона (пример указан стрелкой на Рис. 9.4б). Как отмечалось в главе 7 данный эффект был, скорее всего, обусловлен деформационным разворотом решеток двойника и матрицы от их первоначальных ориентировок и связан с нагатованным состоянием исходного материала.





**Рис. 9.4.** EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру в зоне термомеханического влияния, сформировавшуюся в материале, обработанном при низкой температуре (а), с выделенными участками, показанными при большем увеличении на рис. (б), (в), (г), (д), (е) и (ж). На рис. (а) зерна окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления нормали; цветовой код ориентировок приведен в правом нижнем углу рисунка. На рис. (б)-(ж), МУГ, БУГ и двойниковые границы  $\Sigma 3$  обозначены красными, темными и зелеными линиями, соответственно. Подробности приведены в разделе 9.2.

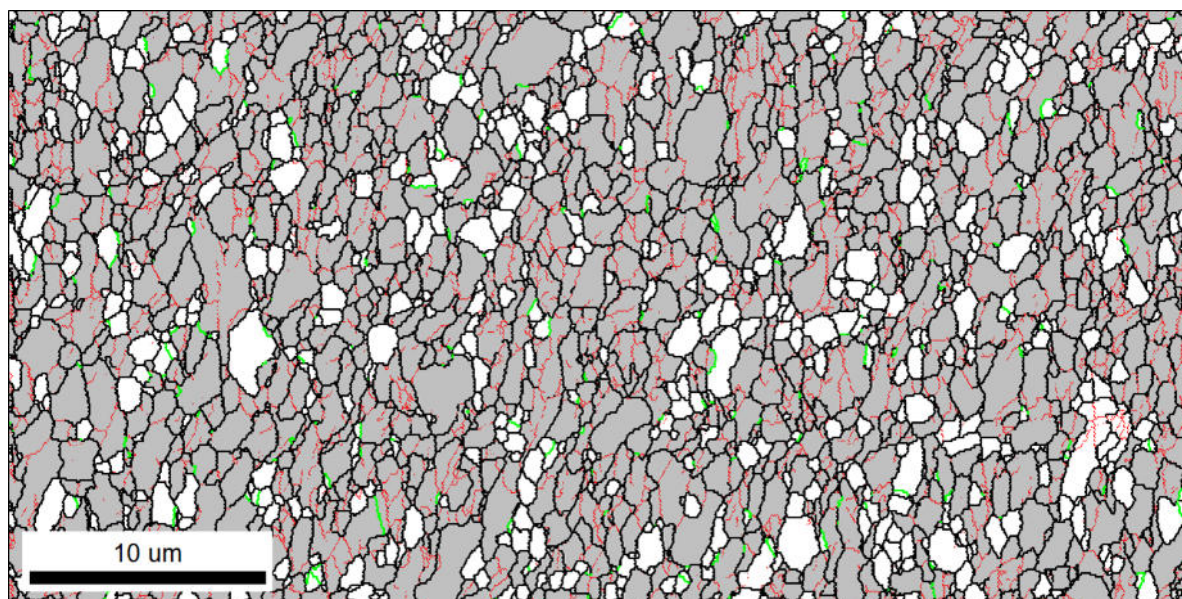
При продвижении вглубь переходной зоны, было отмечено резкое увеличение концентрации МУГ и полное исчезновение исходных двойниковых границ (Рис. 9.4в). По мере приближения к зоне перемешивания, имело место значительное вытягивание исходных зерен вследствие геометрического эффекта деформации (Рис. 9.4г). В их интерьере было выявлено интенсивное формирование серий протяженных границ деформационного происхождения, рассекавших зерна на фрагменты (Рис. 9.4д). Разориентировка на некоторых сегментах подобных границ превысила  $15^\circ$  (отмечено стрелкой на Рис. 9.4д). Данные микроструктурные признаки свидетельствовали о протекании в материале *фрагментации*.

В непосредственной близости от зоны перемешивания имело место уменьшение размера фрагментов, свидетельствующее об интенсификации процесса фрагментации (Рис. 9.4е). Важно отметить, что

фрагменты характеризовались приблизительно равноосной морфологией. Доля большеугловых сегментов субграниц увеличилась, способствуя постепенному превращению фрагментов в зерна (Рис. 9.4е).

С другой стороны, в структуре было также отмечено появление зернограничных языков (пример отмечен стрелкой на Рис. 9.4е), свидетельствующих о начале миграции границ зерен. Развитие этого процесса привело к образованию рекристаллизационных зародышей, содержащих двойники отжига (пример выделен на Рис. 9.4е). Данные микроструктурные изменения соответствовали *прерывистой рекристаллизации*.

Формирование конечной микроструктуры в зоне перемешивания (Рис. 9.4ж) являлось результатом совместного развития фрагментации и прерывистой рекристаллизации. Таким образом, представляет интерес выявление преобладающего из этих процессов.



**Рисунок 9.5.** Разделение микроструктуры в зоне перемешивания на рекристаллизованную и деформированную составляющие посредством EBSD. На приведенном фрагменте EBSD-карты белым/серым цветом обозначены зерна, в которых среднее варьирование кристаллографической ориентировки составляло менее/более  $2^\circ$ . МУГ, БУГ и двойниковые границы  $\Sigma 3$  на EBSD карте обозначены красными, черными и зелеными линиями, соответственно. Подробности приведены в разделе 9.2.

Для решения данной проблемы была оценена объемная доля рекристаллизованных зерен в сформировавшейся микроструктуре. Для



этой цели была использована EBSD методика, основанная на измерении постоянства кристаллографической ориентировки внутри зерен и описанная в разделе 2.6.

Типичная EBSD-карта, вычисленная подобным способом, приведена на Рис. 9.5. На этой карте фрагментированные зерна окрашены серым цветом, а рекристаллизованные – белым цветом. Как и ожидалось, МУГ преимущественно концентрировались во фрагментированных областях, а двойниковые границы – в рекристаллизованных. Объемная доля рекристаллизованной составляющей структуры, измеренная с помощью подобных EBSD карт, составила ~20%. Исходя из этого был сделан вывод, что основным механизмом, обеспечившим формирование конечной микроструктуры в зоне обработки, являлась фрагментация.

### 9.3. Эволюция микроструктуры при высоких температурах

Для изучения эволюции микроструктуры при высоких температурах, были проанализированы микроструктурные изменения в образце, обработанном при температуре  $0,61T_m$ . Исследования проводилось с использованием «stop action» эксперимента [115,116]. Сущность данной методики описана в разделе 2.3.



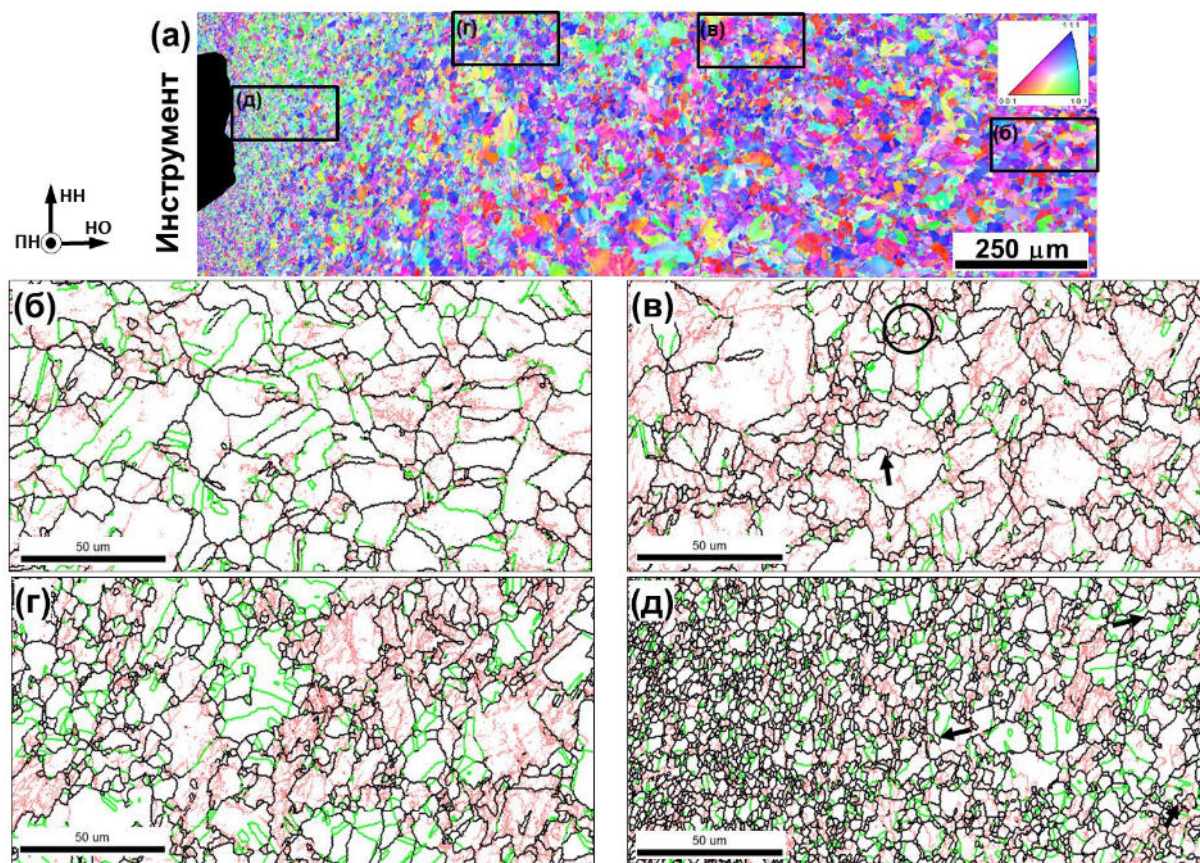
**Рисунок 9.6.** Оптическая фотография, иллюстрирующая продольное сечение образца после «stop action» эксперимента при температуре обработки  $0,61T_m$ . Прямоугольники соответствуют EBSD картам, приведенным на Рис. 9.7 и 9.8. Подробности приведены в разделе 9.3.

Продольное сечение образца образца после «stop action» эксперимента приведено на Рис. 9.6. Прямоугольники на этом рисунке соответствуют участкам, исследованным посредством EBSD.



### 9.3.1. Микроструктурные изменения перед сварочным инструментом

Карта EBSD, иллюстрирующая микроструктурные изменения, имевшие место *перед* сварочным инструментом, приведена на Рис.9,7а. Некоторые характерные участки этой карты показаны при большем увеличении на Рис. 9.7б-д.



**Рис. 9.7.** EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру в деформационной зоне, образовавшейся *перед* сварочным инструментом при высокотемпературной обработке в ходе «stop action» эксперимента (а), с выделенными участками, показанными при большем увеличении на рис. (б), (в), (г) и (д). На рис. (а) зерна окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления нормали; цветовой код ориентировок приведен в правом верхнем углу рисунка. На рис. (б)-(д), МУГ, БУГ и двойниковые границы  $\Sigma 3$  обозначены красными, темными и зелеными линиями, соответственно. Подробности изложены в разделе 9.3.1.

Как и ожидалось, начальный этап пластического течения сопровождался формированием границ деформационного происхождения и деформационным разрушением двойников (Рис. 9.7б,в). Пример трансформировавшейся двойниковой границ отмечен стрелкой на Рис.

9.7в. Важно отметить, что вдоль границ зерен имело место интенсивное образование зернограничных языков (пример выделен на Рис. 9.7в).

Быстрое развитие этого процесса по мере приближения к сварочному инструменту вело к появлению рекристаллизационных зародышей, содержащих двойники отжига и, таким образом, формированию бимодальной микроструктуры (Рис. 9.7г). Данная совокупность микроструктурных признаков свидетельствовала о протекании в материале *прерывистой рекристаллизации*.

Интересно отметить, что размеры зародышей рекристаллизации были сопоставимы с величиной исходных зерен и, таким образом, развитие рекристаллизационного процесса не сопровождалось образованием характерной структуры ожерелья (Рис. 9.7г). Представляется, что данная особенность была связана с очень высокой подвижностью границ зерен, способствующей быстрому росту рекристаллизационных зародышей.

В непосредственной близости от сварочного инструмента имело место существенное измельчение микроструктуры (Рис. 9.7д). В этой области не было выявлено явных признаков фрагментации, однако было обнаружено интенсивное формирование зернограничных языков (несколько примеров отмечено стрелками на Рис. 9.7д). Учитывая наличие двойников отжига в измельченных зернах (Рис. 9.7д), измельчение микроструктуры было, очевидно, также связано с развитием прерывистой рекристаллизации. Таким образом, материал испытал как минимум два цикла рекристаллизации по мере приближения сварочного инструмента.

Данный эффект был, вероятно, также связан с относительно высокой подвижностью границ зерен, как отмечалось выше. Данная особенность материала способствовало развитию первого рекристаллизационного цикла при относительно низких температурах, то есть, на относительно большом расстоянии от приближающегося инструмента (Рис. 9.7в). Поскольку материал в этой области испытал лишь относительно небольшую деформацию, то плотность зародышей рекристаллизации

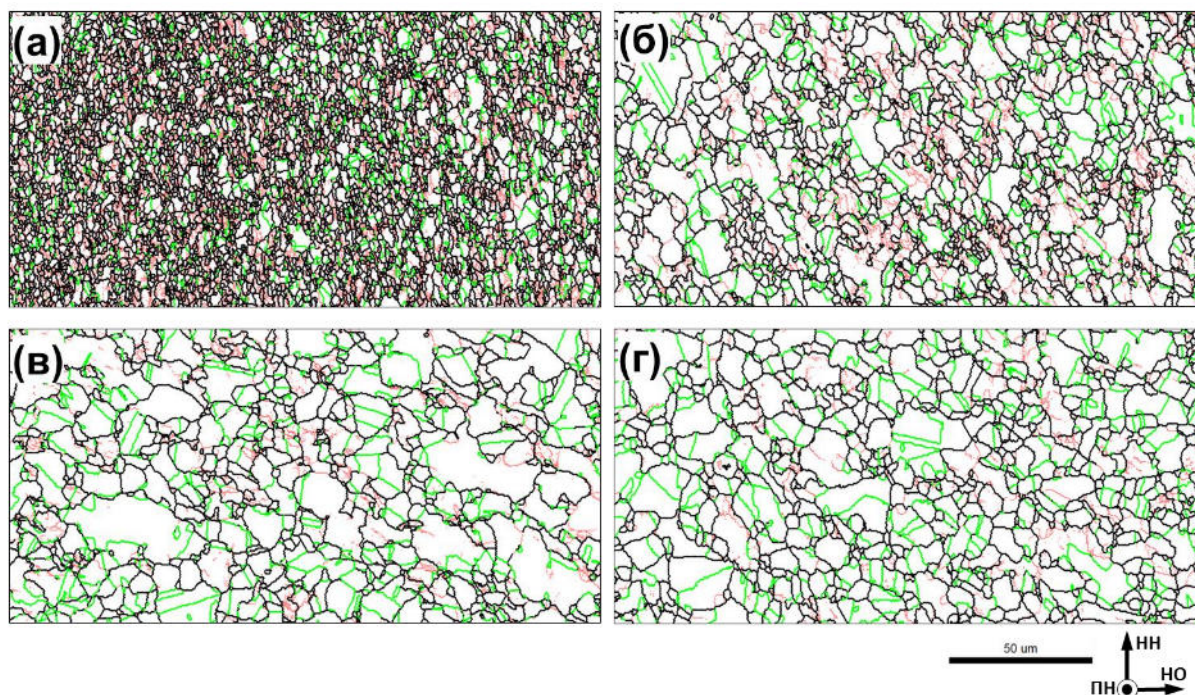
была низкой и, соответственно, размер рекристаллизованных зерен был сравнительно велик (Рис. 9.7г). По мере приближения сварочного инструмента рекристаллизованный материал подвергся деформации, и это обусловило появление движущей силы для второго рекристаллизационного цикла. В непосредственной близости от инструмента деформация была велика, и, таким образом, размер рекристаллизованных зерен был относительно мал (Рис. 9.7д).

### **9.3.2. Микроструктурные изменения позади сварочного инструмента**

Фрагменты EBSD карт, иллюстрирующих эволюцию микроструктуры в зоне перемешивания по мере удаления от сварочного инструмента, приведены на Рис. 9.8. Изменение среднего размера зерен, доли МУГ и границ  $\Sigma 3$ , а также микротвердости представлено на Рис. 9.9.

Микроструктура материала, находившегося в непосредственном контакте со сварочным инструментом в ходе ОТП, показана на Рис. 9.8а. Видно, что сформировавшаяся микроструктура являлась мелкозернистой и частично рекристаллизованной. Важно подчеркнуть, что микроструктура была в значительной мере подобна выявленной непосредственно *перед* сварочным инструментом (Рис. 9.8а и 9.7д). Иными словами, большие деформации, соответствующие половине оборота инструмента в ходе ОТП, не привели к существенным микроструктурным изменениям. Этот любопытный эффект уже отмечен в научной литературе [116], но его причины пока не ясны. Согласно одной из гипотез, он может быть связан с тем, что материал, захваченный инструментом в ходе ОТП, способен испытывать *несколько* поворотов перед своим окончательным осаждением в зоне перемешивания. С другой стороны, впрочем, данный феномен может быть всего лишь артефактом, обусловленным эффектом торможения инструмента в ходе «stop action» эксперимента.

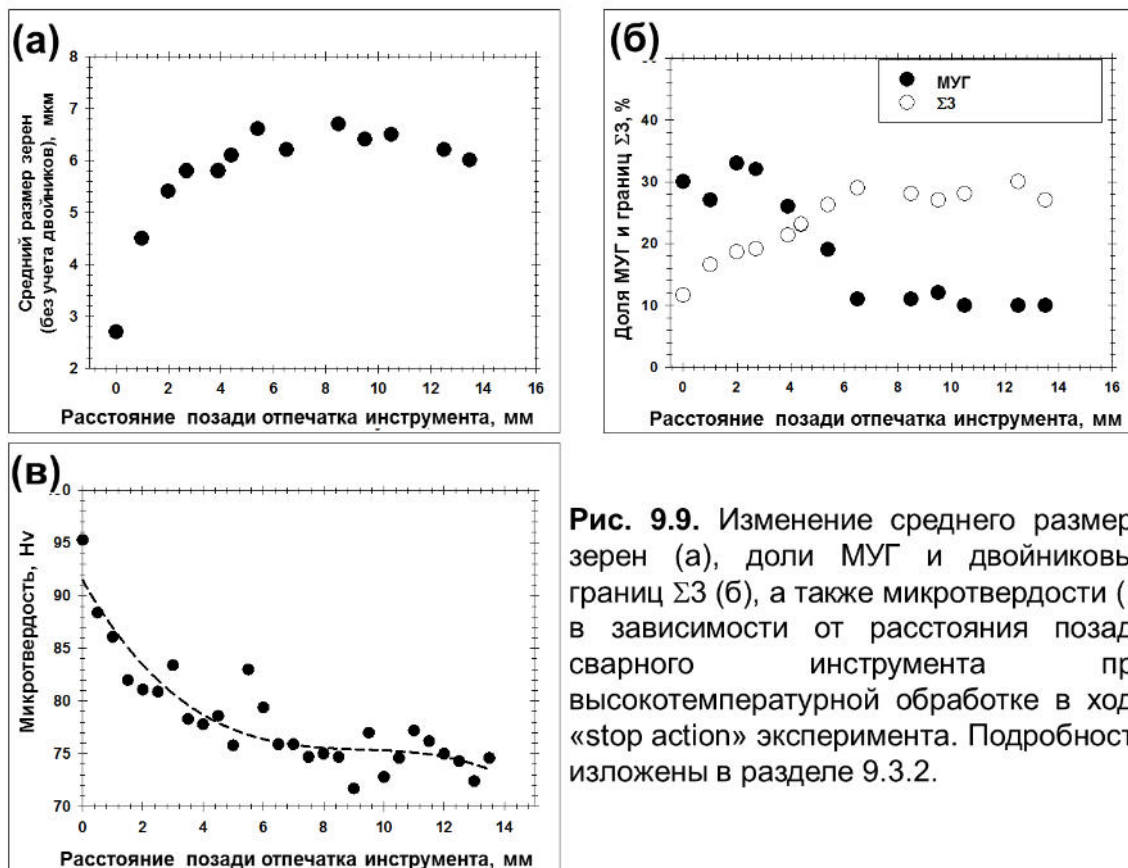




**Рис. 9.8.** Фрагменты EBSD карт, иллюстрирующих микроstructures, сформировавшиеся на различных расстояниях *позади* сварочного инструмента при высокотемпературной обработке в ходе «stop action» эксперимента: в непосредственной близости от инструмента (а), на расстоянии 1 мм (б), на расстоянии 4,4 мм (в) и на расстоянии 14,5 мм (г). На EBSD картах МУГ, БУГ и двойниковые границы  $\Sigma 3$  обозначены красными, темными и зелеными линиями, соответственно. Подробности изложены в разделе 9.3.2.

По мере удаления от сварочного инструмента имело место резкое огрубление микроstructures; в частности, средний размер зерен увеличился почти в три раза (Рис. 9.9а). Как очевидно из рис. 9.8а-в, микроstructureные изменения были обусловлены быстрым ростом рекристаллизованных зерен. Данный результат подтверждает гипотезу, выдвинутую в главе 7, о возможности протекания *метадинамической рекристаллизации* в ходе охлаждения обработанного материала до комнатной температуры.

Развитие этого процесса способствовало существенному сокращению доли МУГ (Рис. 9.9б), росту фракции двойниковых границ  $\Sigma 3$  (Рис. 9.9б), а также значительному разупрочнению материала (Рис. 9.9в). На расстоянии  $\sim 6$  мм от инструмента микроstructureные изменения достигли своего насыщения (Рис. 9.9), и, таким образом, сформировалась конечная микроstructure зоны перемешивания (Рис. 9.8г).



**Рис. 9.9.** Изменение среднего размера зерен (а), доли МУГ и двойниковых границ  $\Sigma 3$  (б), а также микротвердости (в) в зависимости от расстояния позади сварного инструмента при высокотемпературной обработке в ходе «stop action» эксперимента. Подробности изложены в разделе 9.3.2.

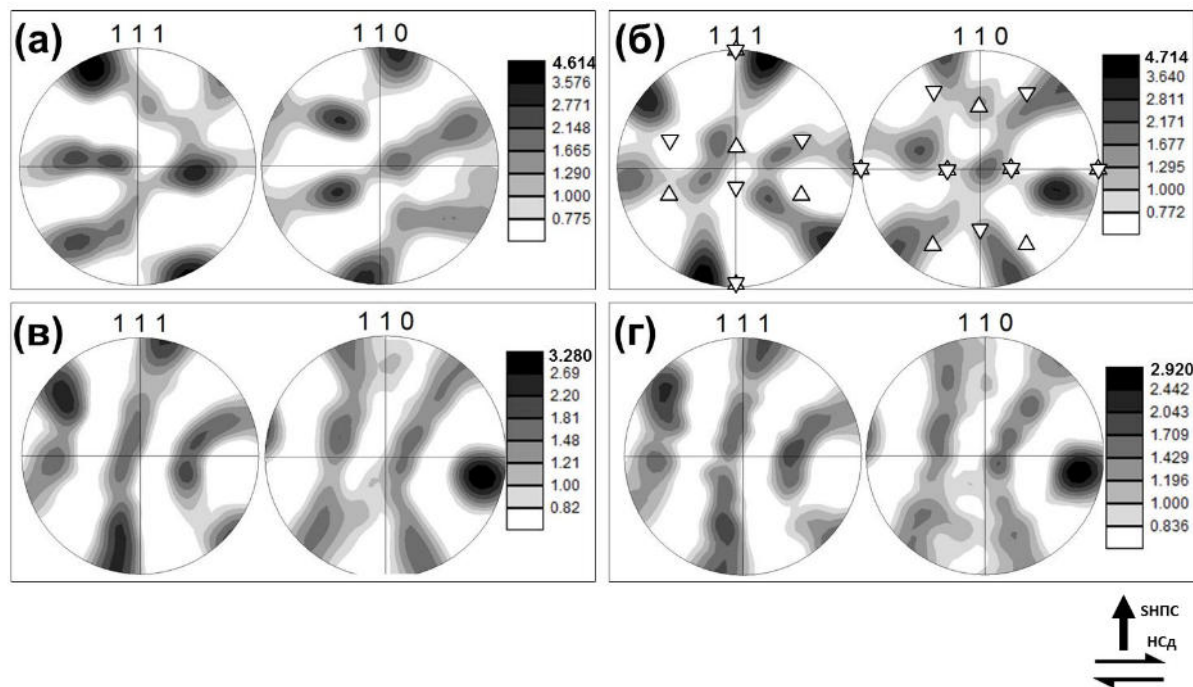
Предполагается, что с дальнейшим повышением температуры обработки вклад метадинамической рекристаллизации в структурообразование должен лишь возрастать. Таким образом, формирование окончательной структуры (а, следовательно, и свойств!) в ходе высокотемпературной ( $>0,5T_m$ ) ОТП меди контролируется рекристаллизационными процессами, протекающими уже *после* обработки, в ходе охлаждения материала до комнатной температуры.

#### 9.4. Текстура в зоне перемешивания

С целью исследования влияния температуры обработки на текстуры, сформировавшиеся в зоне перемешивания при различной температуре обработки, были построены ППФ (111) и (110), как показано на рис. 9.10.

С некоторым приближением, текстуры, сформировавшиеся при низкотемпературной ( $\leq 0,5T_m$ ) ОТП можно интерпретировать в рамках текстур простого сдвига типа  $A/\bar{A}\{111\}\langle 110 \rangle$  (Рис. 9.10а-б). Как

отмечалось в главах 4 и 8, образование подобной текстуры может быть связано как с затруднением двойного поперечного скольжения дислокаций вследствие низкой ЭДУ, так и с равноосной морфологией микроструктуры и соответствующими жесткими условиями обеспечения совместности деформации смежных зерен.



**Рисунок 9.10.** ППФ (111) и (110), иллюстрирующие текстуру в центральной части зоны перемешивания, сформировавшуюся при температуре ОТП  $0,33T_m$  (а),  $0,43T_m$  (б),  $0,61T_m$  (в) и  $0,72T_m$  (г). Примечание: НПС и НСд соответствуют направлению нормали к плоскости сдвига и направлению сдвига. На рис. (б), треугольниками обозначены ориентировки  $A/\bar{A}\{111\} <110>$

При повышении температуры обработки выше  $0,5T_m$  имела место трансформация текстурной компоненты  $A/\bar{A}\{111\} <110>$  в аксиальную текстуру типа  $\{111\} <uvw>$ ; данный эффект сопровождался общим ослаблением текстуры (Рис. 9.10в-г). Данный феномен был, вероятно, обусловлен развитием метадинамической рекристаллизации в материале (как отмечалось в предыдущем разделе), однако его механизм не ясен.

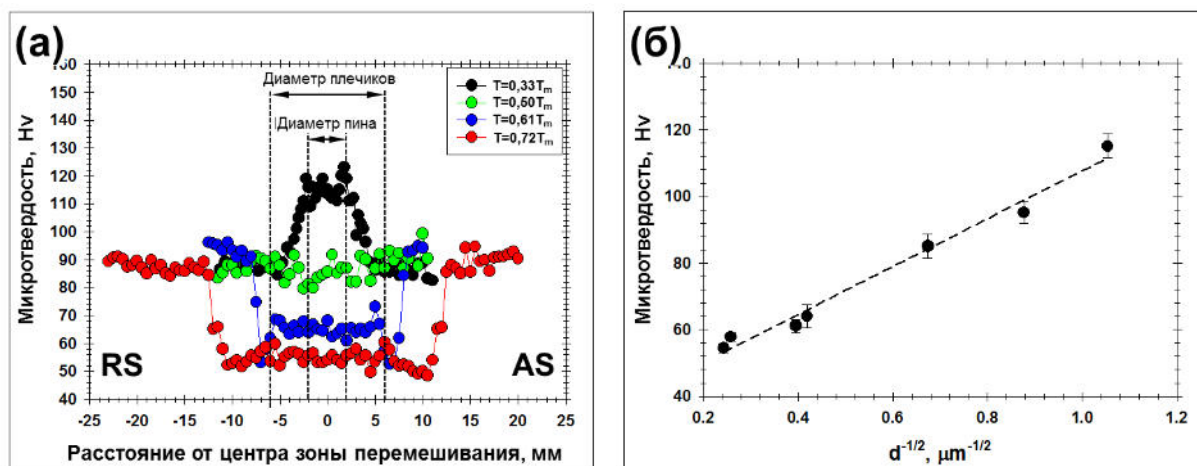
### 9.5. Прочность материала в зоне перемешивания

Для изучения влияния температуры ОТП на прочность материала были измерены профили микротвердости, как показано на Рис. 9.11а. С



целью выявления возможного соответствия между микротвердостью и средним размером зерен в зоне перемешивания, полученные результаты были проанализированы в рамках соотношения Холла-Петча (Рис. 9.11б). Следует отметить, что размер зерен на Рис. 9.11б был измерен с учетом границ двойников  $\Sigma 3$ .

Как очевидно из Рис. 9.11а, обработка при температуре выше  $0,5T_m$  сопровождалась разупрочнением материала. Важно отметить, что протяженность разупрочненной области превышала размер деформационной зоны (определяемой размером пина и плечиков на Рис. 9.11а). Иными словами, как и в случае, описанном в главе 6, разупрочнение было связано не с деформационным, а с термическим эффектом ОТП. Как упоминалось в разделе 9.1, исходный материал был в нагартованном состоянии. Таким образом, выявленное разупрочнение было, скорее всего, связано с процессами статического возврата и рекристаллизации.



**Рис. 9.11.** Влияние температуры обработки на профиль микротвердости (а) и анализ соответствия между средним размером зерен и средней микротвердостью в зоне перемешивания в рамках соотношения Холла-Петча (б). Погрешность на рис. (б) соответствует среднеквадратичному отклонению.

С другой стороны, обработка при температурах ниже  $0,5T_m$  привела к существенному упрочнению материала (Рис. 9.11а). Следует отметить, что соотношение между микротвердостью и средним размером зерен в зоне перемешивания подчинялось соотношению Холла-Петча (Рис. 9.11б).

Таким образом, упрочняющий эффект был, скорее всего, обусловлен измельчением микроструктуры в ходе ОТП (Рис. 9.4а).

### 9.6. Выводы по главе

В данной главе рассмотрено влияние температуры ОТП на эволюцию микроструктуры в ГЦК металлах с промежуточной величиной ЭДУ на примере технической чистой меди. В результате работы сформулирован следующий вывод.

Микроструктура, текстура и прочность обработанного материала принципиально зависят от температуры ОТП.

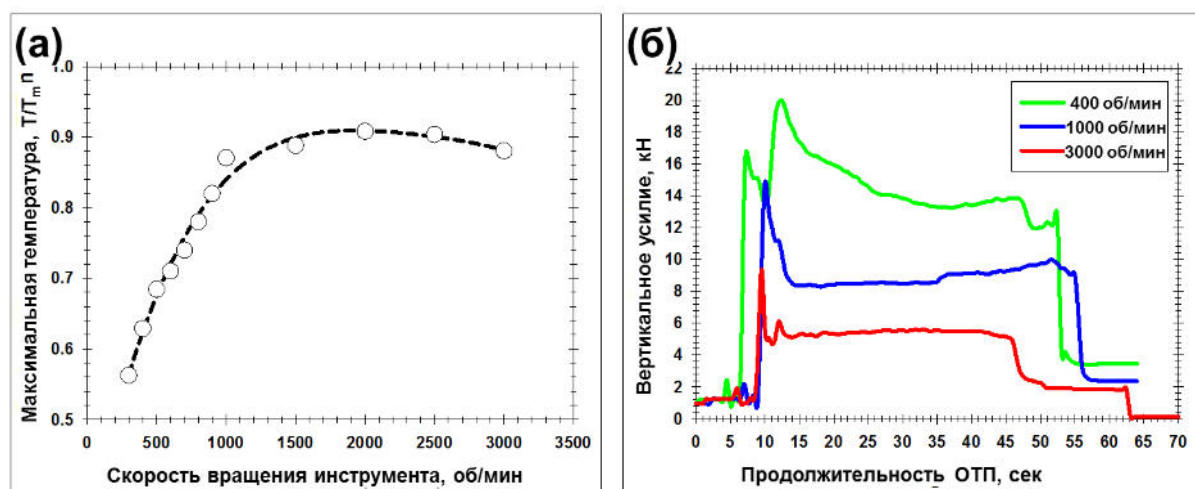
При температурах ниже  $0,5T_m$ , эволюция микроструктуры в основном определяется развитием *фрагментации*. Это ведет к образованию мелкозернистой микроструктуры и сопутствующему существенному упрочнению материала. Сформировавшаяся текстура характеризуется преобладанием компонент простого сдвига типа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

При температурах выше  $0,5T_m$ , эволюция микроструктуры представляет собой довольно сложный, многостадийный процесс, в котором основную роль играет *прерывистая рекристаллизация*. Это ведет к образованию относительно крупнозернистой микроструктуры, формированию аксиальной текстуры типа  $\{111\}\langle uvw \rangle$  и значительному разупрочнению материала. Использование «stop action» эксперимента показало, что конечная микроструктура и прочность материала в зоне обработки контролируются развитием *метадинамической рекристаллизации* в ходе охлаждения обработанного образца 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 в этих материалах, эволюция их микроструктуры в ходе ОТП характеризовалась наличием ряда специфических черт. В этой связи рассмотрение этого процесса в диссертационной работе было рассмотрено отдельно. В данной главе он исследован на примере магниевого сплава AZ31 (Таблица 2.2).



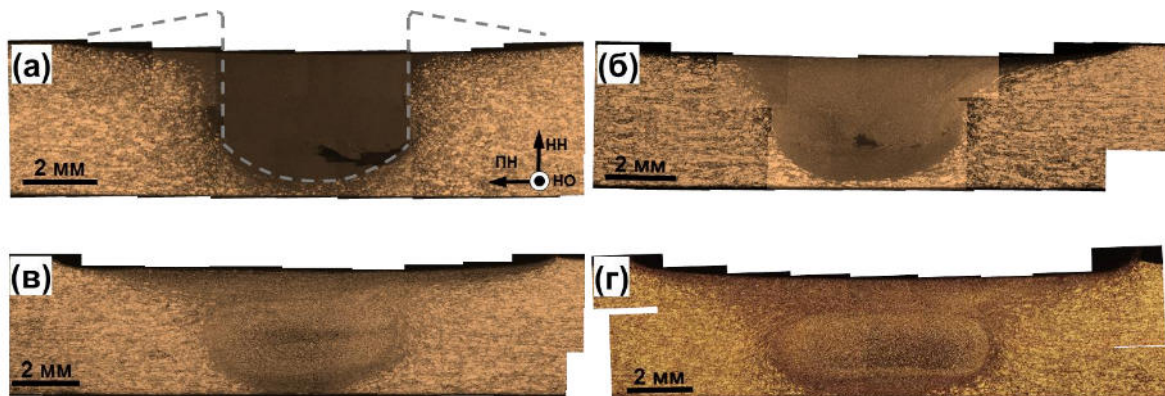
**Рисунок 10.1.** Влияние скорости вращения сварочного инструмента на максимальную температуру (а) и вертикальное усилие инструмента (б) в ходе ОТП магниевого сплава AZ31.

Процесс формирования микроструктуры этого сплава в ходе ОТП изучался в температурном интервале  $0,55 - 0,91T_m$ . Как и в экспериментах, описанных в предыдущих главах, температура измерялась непосредственно в зоне перемешивания. Варьирование температуры обработки также достигалось посредством изменения скорости вращения сварочного инструмента, как иллюстрировано на рис. 10.1а. Важно отметить, что понижение температуры обработки сопровождалось увеличением усилия инструмента (Рис. 10.1б), то есть, ростом приложенных напряжений. Как показано ниже, это существенно влияло на

эволюцию микроструктуры. Другие подробности эксперимента изложены в работе [174].

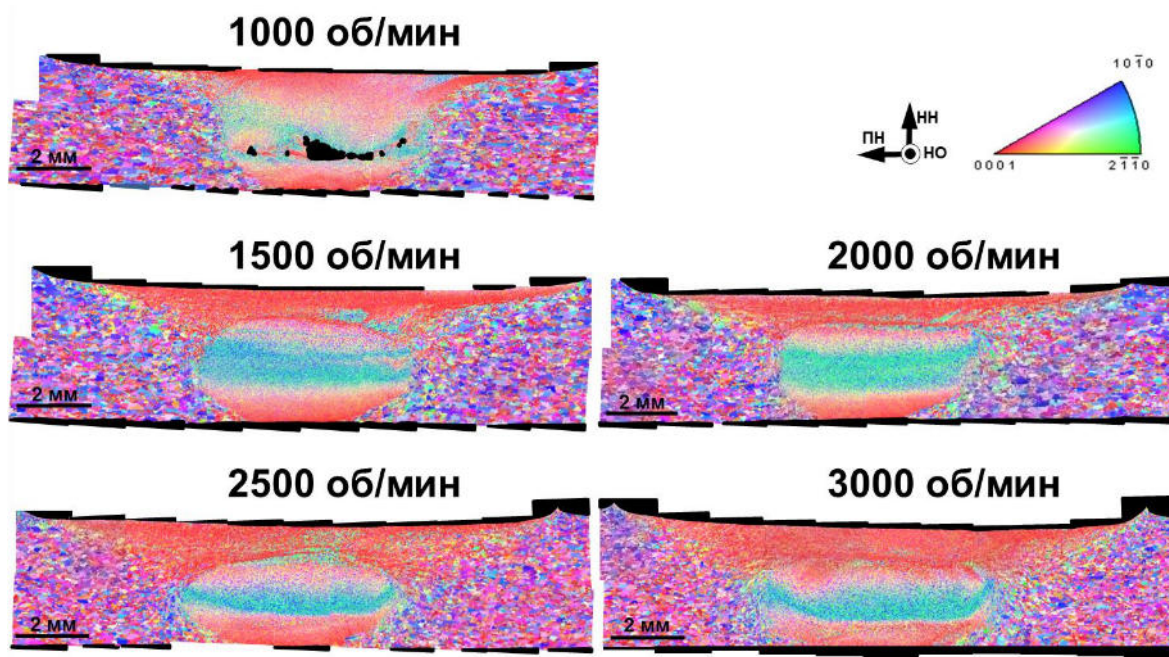
### 10.1. Макроструктура

Оптические фотографии *макроструктуры* материала, подвергнутого ОТП при различной скорости вращения инструмента, приведены на Рис. 10.2. Видно, что увеличение температуры обработки способствовало существенному изменению формы зоны перемешивания. Если при относительно низких температурах она примерно совпадала с цилиндрическим профилем инструмента (Рис. 10.2а), то при  $\sim 0,9T_m$  зона перемешивания преобрела эллиптическую форму (Рис. 10.2б-г).



**Рисунок 10.2.** Оптические фотографии поперечных сечений ОТП зон, полученных при скорости вращения сварочного инструмента (а) 300 об/мин ( $0,56 T_m$ ), (б) 1000 об/мин ( $0,87 T_m$ ), (в) 2000 об/мин ( $0,91 T_m$ ) и 3000 об/мин ( $0,88 T_m$ ). Пунктирные линии на рис. (а) обозначают контур сварочного инструмента. Во всех случаях сторона RS находится слева, а сторона AS – справа.

Данный результат косвенно свидетельствовал об изменении характера пластического течения с повышением температуры ОТП. Для проверки этой гипотезы было исследовано распределение текстур в зоне обработки. С этой целью были получены панорамные EBSD карты, охватывающие собой все поперечное сечение материалов, обработанных при различных режимах, как показано на Рис. 10.3.



**Рисунок 10.3.** EBSD карты, иллюстрирующие распределение текстуры внутри ОТП зон, полученных при различной скорости вращения сварочного инструмента. На данных картах зерна окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления нормали (цветовой код ориентировок приведен в правом верхнем углу рисунка). Во всех случаях сторона RS находится слева, а сторона AS – справа.

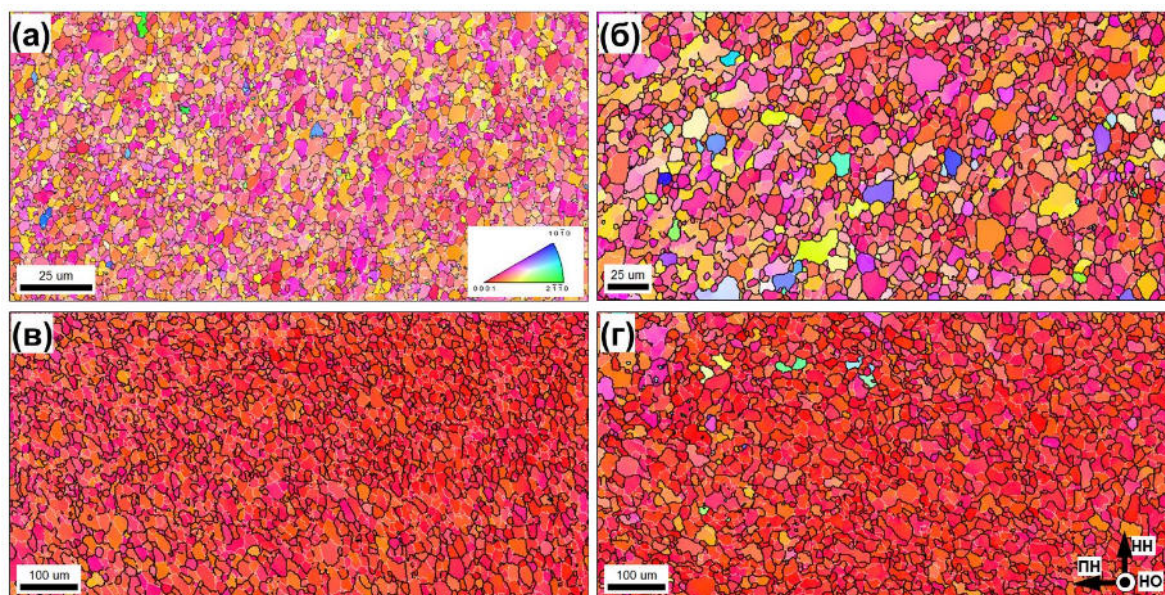
На этих картах зерна окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления нормали; цветовой код ориентировок дан в правом верхнем углу рисунка. Во всех случаях, область красного цвета в верхней части зоны перемешивания соответствовала выравниванию базисной плоскости  $\{0001\}$  с поверхностью плечиков инструмента. Как отмечено в главе 3, это означало, что пластическое течение в этой области контролировалось плечиками. Таким образом, увеличение объемной доли этой области с ростом скорости вращения инструмента (Рис. 10.3) свидетельствовало о повышении вклада плечиков инструмента в общее пластическое течение.

## 10.2. Микроструктура, текстура и спектр разориентировок

Влияние температуры обработки на *микроструктуру*, сформировавшуюся в центральной части зоны перемешивания, приведено на Рис. 10.4. Морфологически, все микроструктуры были качественно



подобны друг другу. Во всех случаях, зерна зачастую не были полностью очерчены непрерывной сетью БУГ, и четкая зеренная структура, таким образом, отсутствовала. Происхождение столь специфичной микроструктуры будет рассмотрено более подробно в разделе 10.3.1.



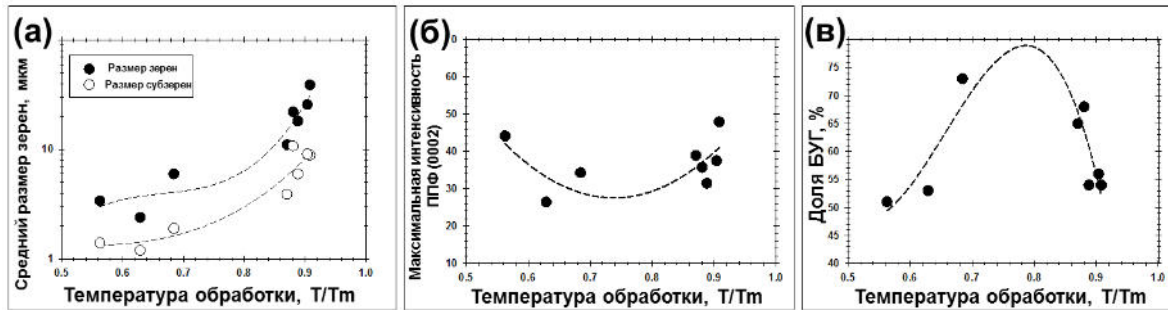
**Рисунок 10.4.** Фрагменты EBSD карт, иллюстрирующие микроструктуру в зоне перемешивания, сформировавшуюся в результате ОТП при скорости вращения инструмента (а) 300 об/мин ( $0,56 T_m$ ), (б) 1000 об/мин ( $0,87 T_m$ ), (в) 2000 об/мин ( $0,91 T_m$ ) и (г) 3000 об/мин ( $0,88 T_m$ ). Примечание: зерна на EBSD картах окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления обработки; цветовой код ориентировок приведен в правом нижнем углу рис. (а), МУГ и БУГ обозначены белыми и темными линиями, соответственно.

Следует также отметить практически полное отсутствие двойников в микроструктуре; данный результат согласуется с работами [136, 145, 149, 175]. Как и ожидалось, повышение температуры обработки сопровождалось огрублением формирующейся микроструктуры, причем наиболее ярко данный эффект проявлялся при  $\sim 0,9T_m$  (Рис. 10.5а).

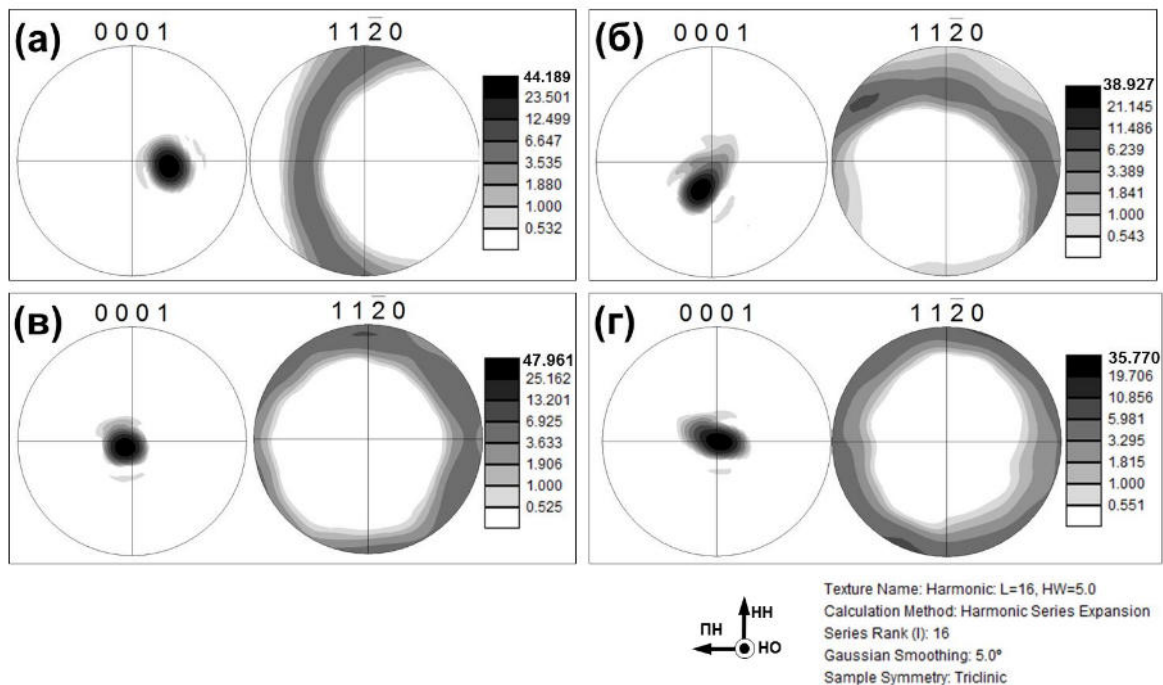
Во всех случаях в зоне перемешивания было выявлено формирование аксиальной текстуры простого сдвига типа  $\{0001\}\langle uwtv \rangle$  (Рис. 10.6). Как отмечалось в разделе 4.6, данная текстура обычно образуется при ОТП магниевых сплавов [29, 31, 33, 136, 145, 149, 175-189], и её происхождение связано с преобладанием базисного скольжения [35]. Необходимо особо подчеркнуть, что сформировавшаяся текстура была



очень острой, и её максимальная интенсивность могла до ~50 раз превышать уровень фона (Рис. 10.6). Как следует из Рис. 10.5б, с повышением температуры ОТП интенсивность текстуры изменялась немонотонным образом, проходя через минимум при  $\sim 0,75T_m$ .



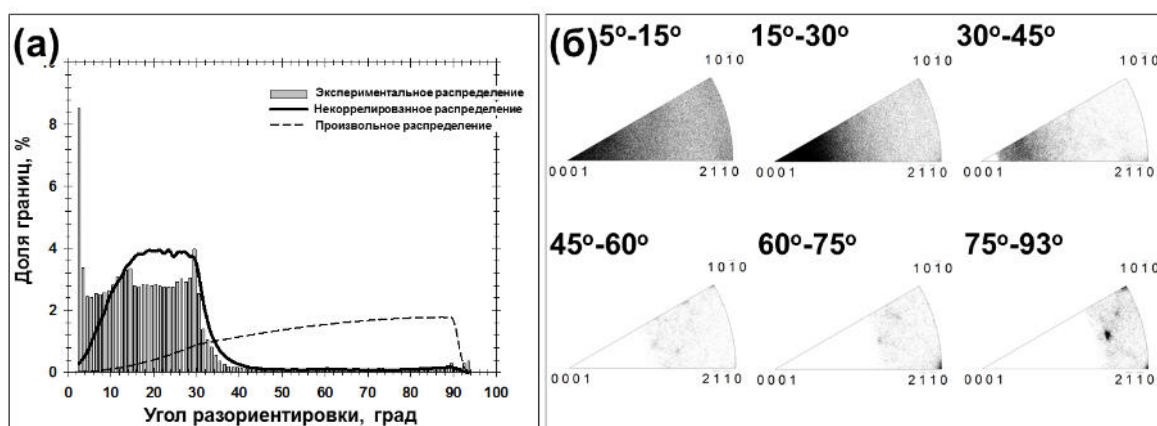
**Рисунок 10.5.** Влияние температуры обработки на (а) средний размер зерен и субзерен, (б) максимальную интенсивность на ППФ (0002) и (в) долю БУГ.



**Рисунок 10.6.** ППФ {0002} и {1120}, иллюстрирующие текстуру в центральной части зоны перемешивания, сформировавшуюся при скорости вращения инструмента (а) 300 об/мин ( $0,56 T_m$ ), (б) 1000 об/мин ( $0,87 T_m$ ), (в) 2000 об/мин ( $0,91 T_m$ ) и (г) 3000 об/мин ( $0,88 T_m$ ).

Спектры разориентировок, сформировавшиеся при различных температурах обработки, также были качественно схожи. Типичный пример приведен на Рис. 10.7. Во всех случаях, спектры характеризовались наличием острого малоуглового пика, широкого максимума в интервале разориентировок  $5^\circ$ - $30^\circ$  и последующего провала в

диапазоне  $30^{\circ}$ - $93,8^{\circ}$  (Рис. 10.7а), а также плотного кластера осей разориентации возле полюса  $\langle 0001 \rangle$  (Рис. 10.7б).



**Рисунок 10.7.** Типичный спектр разориентировок в зоне перемешивания: (а) распределение границ по углам и (б) осям разориентировки.

Для выявления природы столь необычного спектра разориентировок, были вычислены распределения, ожидающиеся исходя из сформировавшейся текстуры (так называемые, *некоррелированные* распределения). Методика вычислений описана в разделе 5.3.2, а типичный пример некоррелированного распределения приведен на Рис. 10.7а. Видно, что в угловом интервале  $5^{\circ}$ - $93,8^{\circ}$  имело место качественное соответствие между экспериментальным и некоррелированным распределениями (Рис. 10.7а). Данный факт дал основание заключить, что формирование экспериментального спектра разориентировок в значительной мере определялось текстурой.

Как было показано выше, в зоне перемешивания имело место формирование очень острой аксиальной текстуры простого сдвига типа  $\{0001\}\langle uwtv \rangle$  (Рис. 10.6). Иными словами, базисные плоскости  $\{0001\}$  были строго выравнены с макроскопической поверхностью сдвига. Как вытекает из геометрии решетки ГПУ, образование подобной текстуры означает, что зерна в поликристалле должны быть произвольно развернуты вокруг кристаллографической оси  $\langle 0001 \rangle$ . Вследствие ограничений, налагаемых симметрией решетки ГПУ, максимально возможный *измеряемый* разворот решетки относительно этой оси не может превышать  $30^{\circ}$ . Таким образом,

образование широкого максимума в угловом диапазоне  $\sim 5^\circ$ - $30^\circ$  и последующего провала в интервале  $30^\circ$ - $93,8^\circ$ , а также плотного кластера осей разориентации около полюса  $\langle 0001 \rangle$  в экспериментальном спектре разориентировок (Рис. 10.7) было действительно связано с формированием острой аксиальной текстуры типа  $\{0001\}\langle uwtv \rangle$ . Более подробно данный вопрос рассмотрен в работах автора [136, 145, 149].

Как следует из Рис. 10.5в, с повышением температуры обработки доля БУГ изменялась немонотонным образом, проходя через максимум ( $\sim 80\%$ ) при  $\sim 0,8T_m$ . Интересно отметить, что выявленная зависимость была обратной по отношению к изменению интенсивности текстуры (Рис. 10.5б).

Итак, как показано выше, характерной чертой материалов, обработанных при различных температурах, являлось качественное подобие морфологии микроструктур, текстур и спектров разориентировок. Исходя из этого можно предположить, что процесс структурообразования во всем исследованном диапазоне ОТП управлялся одним и тем же набором фундаментальных механизмов. С другой стороны, существенное варьирование среднего размера зерен (Рис. 10.5а) позволяло предположить, что парциальный вклад этих механизмов мог меняться с температурой обработки. В этой связи в последующих двух разделах исследованы особенности процесса структурообразования при относительно высоких ( $0,9T_m$ ) и низких ( $0,55T_m$ ) температурах обработки.

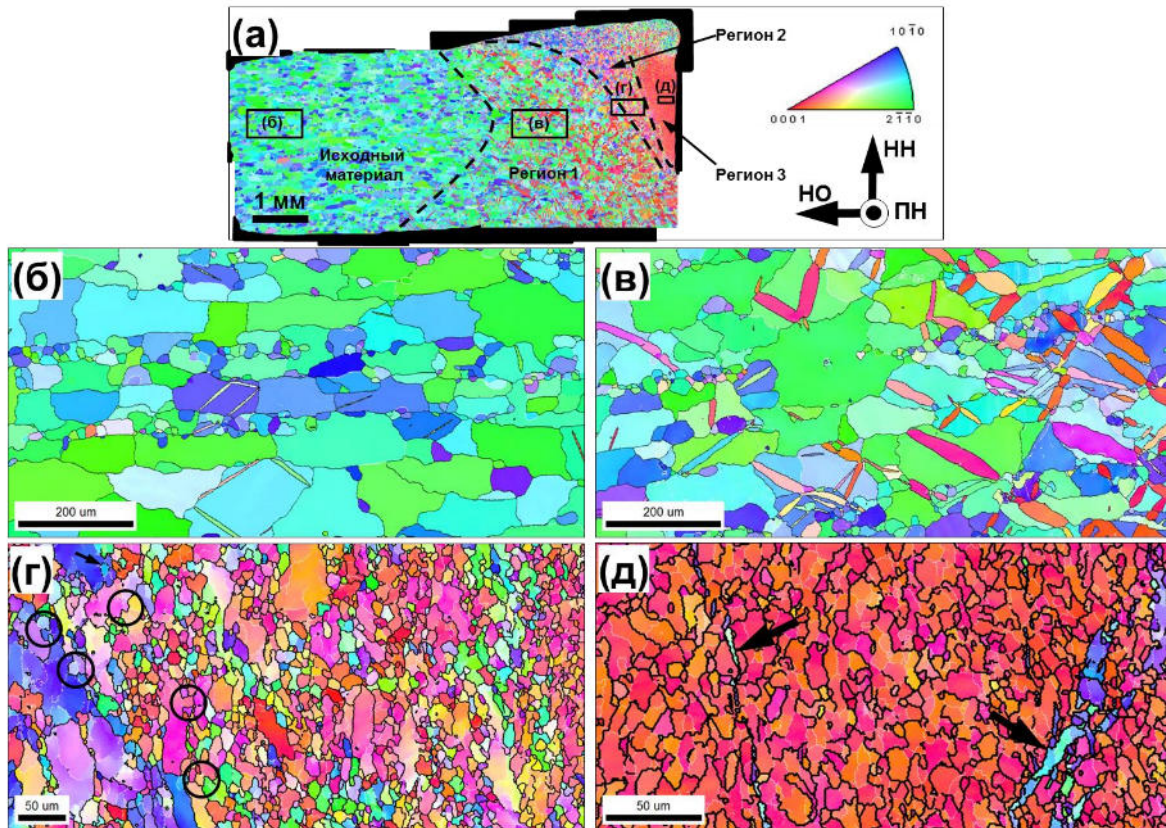
В обоих случаях исследования проводилось с использованием «stop action» эксперимента [115,116]. Методика данного эксперимента описана в разделе 2.3. Микроструктурные исследования осуществлялись на продольном сечении обработанного материала.

### **10.3. Эволюция микроструктуры при высоких температурах**

#### ***10.3.1. Микроструктурные изменения впереди сварочного инструмента***

Панорамная EBSD карта, иллюстрирующая микроструктурные изменения *впереди* сварочного инструмента, приведена на Рис. 10.8а.

Основываясь на изменениях микроструктуры, текстуры и спектра разориентировок, на данной карте было выделено 4 характерных области (исходный материал, регион 1, регион 2 и регион 3). Типичные микроструктуры, спектры разориентировок и текстуры, выявленные в этих областях, показаны на Рис. 10.8 – 10.10 и Таблице 10.1.



**Рис. 10.8.** Эволюция микроструктуры при высокой температуре обработки: (а) EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру, сформировавшуюся впереди сварочного инструмента в ходе «stop-action» эксперимента, с выделенными участками, показанными при большем увеличении на рис. (б)-(г). На EBSD карте зерна окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления обработки; МУГ и БУГ обозначены белыми и темными линиями, соответственно. Подробности приведены в разделе 10.3.1.

Микроструктура исходного материала в основном состояла из относительно крупных вытянутых зерен (Рис. 10.8б). Некоторые из них содержали линзовидные  $\{10\bar{1}2\}$  двойники (Рис. 10.8б, Таблица 10.1). Границы последних образовывали пик возле  $85^\circ$  на распределении границ по углам разориентировки (Рис. 10.9). Исходный материал



характеризовался наличием аксиальной текстуры типа  $\{hkil\} \langle \bar{1}210 \rangle$  (Рис. 10.10а).

При относительно небольших деформациях (*регион 1* на Рис. 10.8а) имело место интенсивное двойникование (Рис. 10.8в). Активизация этого

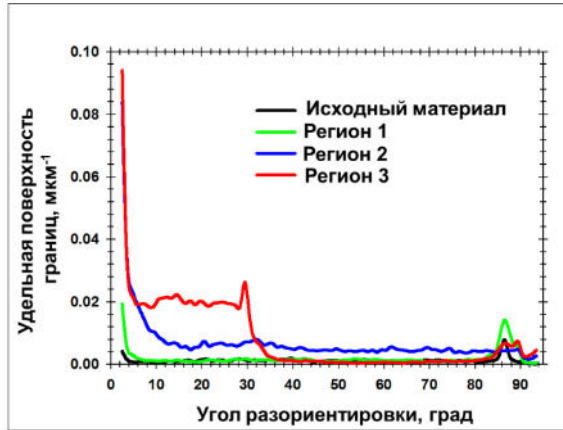


Рис. 10.9. Эволюция спектра разориентировок перед сварного инструмента при относительно высокой температуре обработки. Подробности приведены в разделе 10.3.1.

механизма в ходе ОТП магниевых сплавов была также отмечена в работах [136, 145, 149, 182]. В рассматриваемом случае двойники, как правило, имели клиновидную или линзообразную морфологию, а их размеры были сопоставимы с величиной зерна. Разориентировка на двойниковых границах обычно составляла  $86^\circ \langle \bar{1}210 \rangle$  (Таблица

10.1), что свидетельствовало об активизации двойникования по плоскости  $\{10\bar{1}2\} [190]$ . Таким образом, формирование двойников привело к усилению пика возле  $85^\circ$  на распределении границ по углам разориентировки (Рис. 10.9). Кроме того, интенсивное двойникование способствовало переориентации базисных плоскостей примерно параллельно поверхности пина сварочного инструмента (стрелка на Рис. 10.10б). В этой связи важно отметить, что активизация всех возможных двойниковых вариантов должна была, наоборот, вести к размытию текстуры. Таким образом, формирование деформационной текстуры свидетельствовало о строгой *селекции* двойниковых вариантов.

За исключением двойникования, кристаллографическая ориентировка исходных зерен не претерпела существенных изменений (Рис. 10.8в). Это обусловило сохранение исходной текстуры (Рис. 10.10б).

По мере увеличения деформации (*регион 2* на Рис. 10.8а) исходные зерна были геометрически переориентированы и вытянуты в едином направлении, как показано на Рис. 10.8г. Данное явление было

обусловлено, скорее всего, геометрическим эффектом деформации и отражало существенный рост её величины. Кроме того, в данном микроструктурном регионе было также отмечено формирование характерной структуры ожерелья (Рис. 10.8г). Многочисленные зернограничные языки, выявляемые в микроструктуре (ряд примеров выделен на Рис. 10.8г), свидетельствовали от том, что формирование мелких равноосных зерен вдоль исходных границ было обусловлено развитием *прерывистой* рекристаллизации. С другой стороны, в некоторых областях образование новых зерен было связано с постепенным превращением МУГ в БУГ (пример указан стрелкой на Рис. 10.8г), то есть, с *фрагментацией*. Таким образом формирование структуры ожерелья определялось конкуренцией между двумя этими микроструктурными механизмами.

**Таблица 10.1.** Изменение удельной доли границ двойников при высокотемпературной ОТП

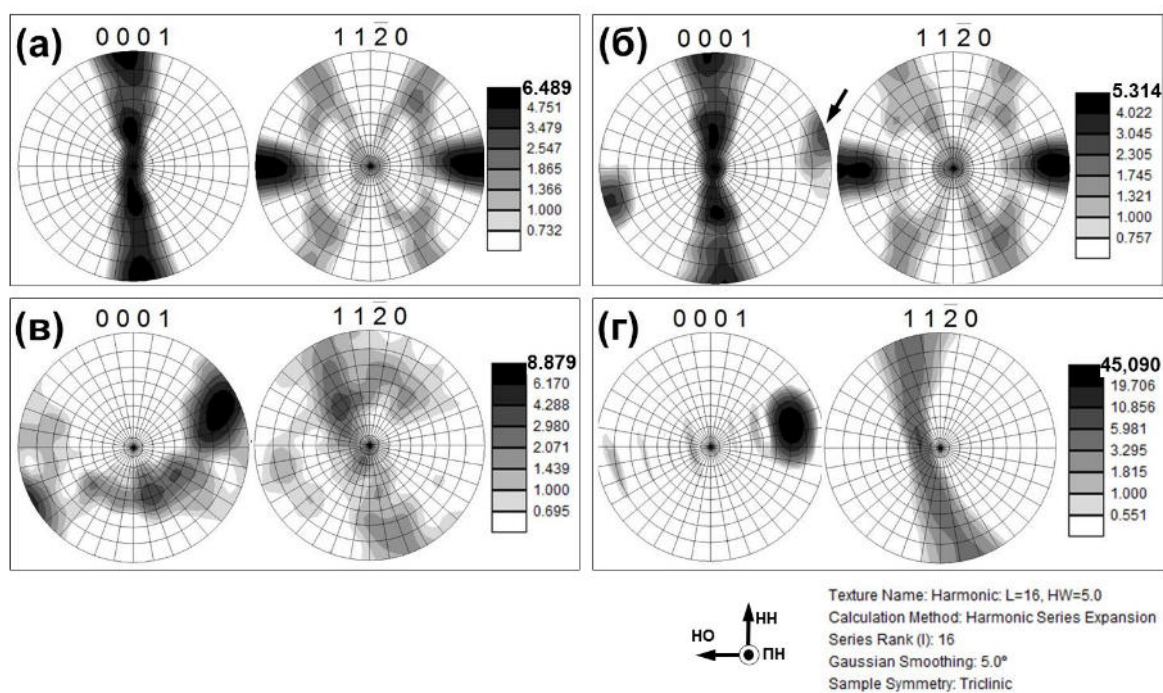
Плоскость двойникования	Разориентировка [190]	Исходный материал	Регион 1	Регион 2	Регион 3
<i>Основное двойникование</i>					
{10 $\bar{1}$ 2}	86° <1 $\bar{2}$ 10 >	<b>11,5</b>	<b>27,9</b>	0,5	<b>2,7</b>
{10 $\bar{1}$ 1}	56° <1 $\bar{2}$ 10 >	0,4	0,2	0,1	0,0
{10 $\bar{1}$ 3}	64° <1 $\bar{2}$ 10 >	0,4	0,2	0,1	0,0
<i>Вторичное двойникование</i>					
{10 $\bar{1}$ 1} – {10 $\bar{1}$ 2}	38° <1 $\bar{2}$ 10 >	0,6	0,3	0,2	0,0
{10 $\bar{1}$ 3} – {10 $\bar{1}$ 2}	22° <1 $\bar{2}$ 10 >	0,7	0,3	0,5	0,2
<i>Взаимодействие между двойниковыми вариантами</i>					
(10 $\bar{1}$ 2) – (10 $\bar{1}$ 2)	7° <1 $\bar{2}$ 10 >	2,9	7,8	18,0	16,0
(10 $\bar{1}$ 2) – (01 $\bar{1}$ 2)	60° <10 $\bar{1}$ 0 >	0,3	0,6	0,2	0,1
(10 $\bar{1}$ 2) – (0 $\bar{1}$ 12)	60.4° <8 $\bar{1}$ 70 >	0,5	0,5	0,3	0,0

**Примечание:** разориентировка 7° <1 $\bar{2}$ 10 > может быть также обусловлена МУГ, сформировавшимися в результате базисного скольжения.

Для выявления преобладающего механизма был проанализирован спектр разориентировок, построенный на основе удельной поверхности границ, как показано на Рис. 10.9. На данном рисунке, измельчение микроструктуры, выявленное в регионе 2, проявлялось в виде



существенного увеличения удельной поверхности БУГ. Очевидно, что этот рост не был связан с постепенным смещением малоуглового пика в сторону большеугловых разориентировок, как того следовало бы ожидать при преобладании процесса фрагментации. Вместо этого имело место более-менее однородное увеличение удельной поверхности БУГ во всем диапазоне возможных разориентировок. Исходя из этого, можно заключить, что основной причиной увеличения удельной поверхности БУГ было образование зернограничных «язычков» и их последующее превращение в новые зерна - то есть, *прерывистая рекристаллизация*. Таким образом, именно этот механизм определял формирование структуры ожерелья в исследованной области.



**Рис. 10.10.** ППФ {0002} и {1120}, иллюстрирующие эволюцию текстуры впереди сварочного инструмента при относительно высокой температуре обработки: (а) исходный материал, (б) Регион 1, (в) Регион 2 и (г) Регион 3. Подробности приведены в разделе 10.3.1.

В качестве характерной особенности региона 2 также следует отметить практически полное исчезновение двойниковых границ из микроструктуры (Рис. 10.9 и Таблица 10.1). По аналогии с подобными процессами, описанными в главах 7 и 8, данный эффект был связан с

деформационным разрушением двойниковых разориентировок и постепенным превращением границ двойников в произвольные БУГ [143, 166-168, 172].

Существенные микроструктурные изменения в регионе 2 способствовали полному разрушению исходной текстуры и формированию вместо неё типичной деформационной текстуры типа  $\{0001\}\langle uwtv \rangle$  (Рис. 10.10в).

Микроструктура, сформировавшаяся после очень больших деформаций (*регион 3* на Рис. 10.8а), представлена на Рис. 10.8д. За исключением деформационных полос (отмечены стрелками) она была в значительной мере подобна конечной микроструктуре, выявляемой в зоне перемешивания. Выявленные деформационные полосы находились в двойниковом ориентационном соотношении с окружающей матрицей. Представляется вполне возможным, что формирование подобных полос было связано с аварийной остановкой процесса ОТП в ходе «stop-action» эксперимента и, таким образом, являлось лишь артефактом. В этой связи они были исключены из дальнейшего рассмотрения.

Как следует из Рис. 10.9, переход от региона 2 к региону 3 сопровождался практически полным исчезновением границ зерен в диапазоне разориентировок  $30\text{-}85^\circ$ . Как показано в предыдущем разделе, данный эффект был, скорее всего, связан с формированием острой аксиальной текстуры типа  $\{0001\}\langle uwtv \rangle$  (Рис. 10.10г). Можно предположить, что, вследствие соответствующего сближения кристаллографических ориентировок зерен, а также ограничений, налагаемых данной текстурой, указанные границы *уменьшили* свою разориентировку до величины  $\leq 30^\circ$ . В диссертационной работе этот необычный эффект был назван *конвергенцией зерен*.

С другой стороны, как тоже очевидно из Рис. 10.9, удельная поверхность границ с разориентировкой  $10^\circ\text{-}15^\circ$  в регионе 3 существенно возросла. Как отмечалось выше, данный факт можно интерпретировать

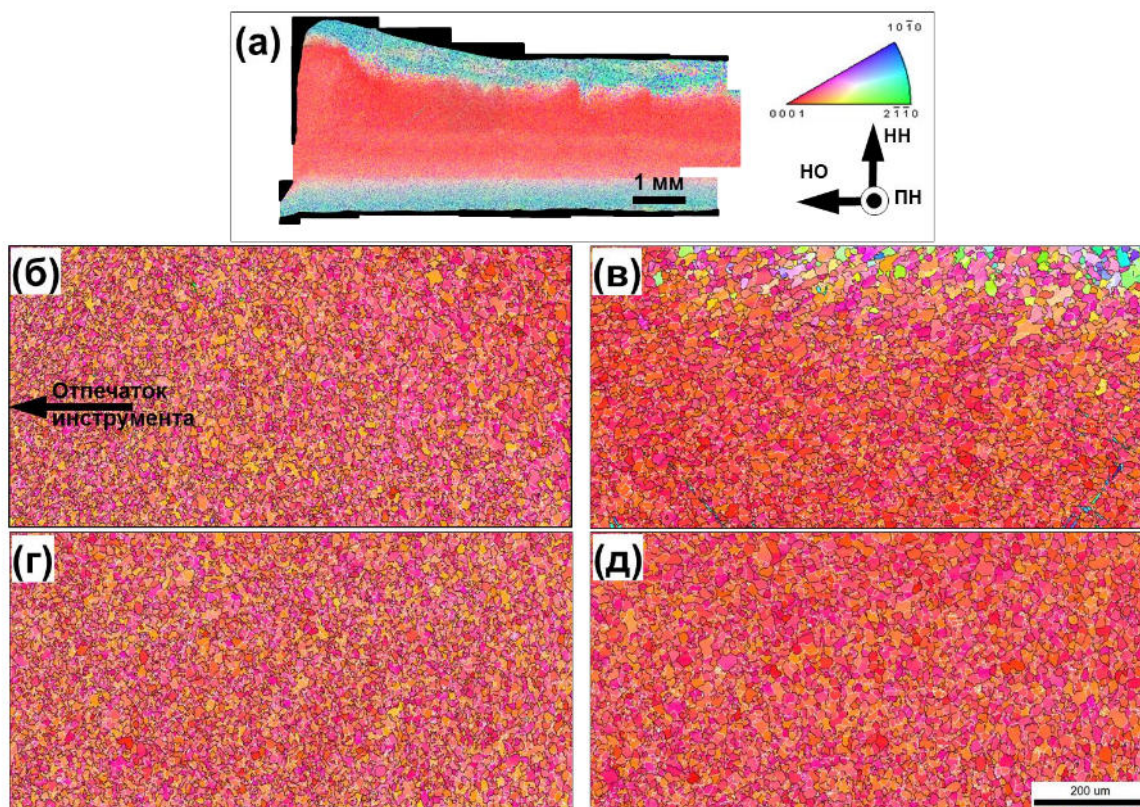
как свидетельство интенсификации процесса трансформации МУГ в БУГ, т.е. *фрагментации*. Таким образом, представляется, что формирование зеренной структуры в регионе 3 определялось действием двух механизмов – конвергенцией зерен и фрагментацией.

С кристаллографической точки зрения, превращение МУГ в БУГ в ходе фрагментации является следствием дивергентного разворота кристаллографических ориентировок сопрягающихся кристаллов. В рассматриваемом случае, однако, текстура была очень острой (Рис. 10.10г), и, таким образом, движущая сила для такого разворота должна быть мала. В результате, многие сегменты МУГ не смогли накопить разориентировку свыше  $15^\circ$ , что и привело к формированию специфической «незавершенной» зеренной структуры, как отмечено в разделе 10.2.

#### **10.3.2. Микроструктурные изменения позади сварочного инструмента**

Панорамная EBSD карта, иллюстрирующая микроструктурные изменения *позади* сварочного инструмента, приведена на Рис. 10.11а. Фрагменты этой карты, иллюстрирующие эволюцию микроструктуры в центральной части зоны перемешивания по мере удаления от инструмента, показаны на Рис. 10.11б-д. Соответствующие изменения текстуры, среднего размера зерен и доли БУГ представлены на Рис. 10.12 и 10.13.

За исключением области, подвергнутой влиянию эффекта торможения инструмента (красная пунктирная линия на Рис. 10.13), не было выявлено существенных изменений ни в микроструктуре, ни в текстуре, ни в спектре разориентировок. Таким образом, материал в зоне перемешивания не претерпел сколь-нибудь существенных изменений по мере остывания до комнатной температуры по завершении обработки.



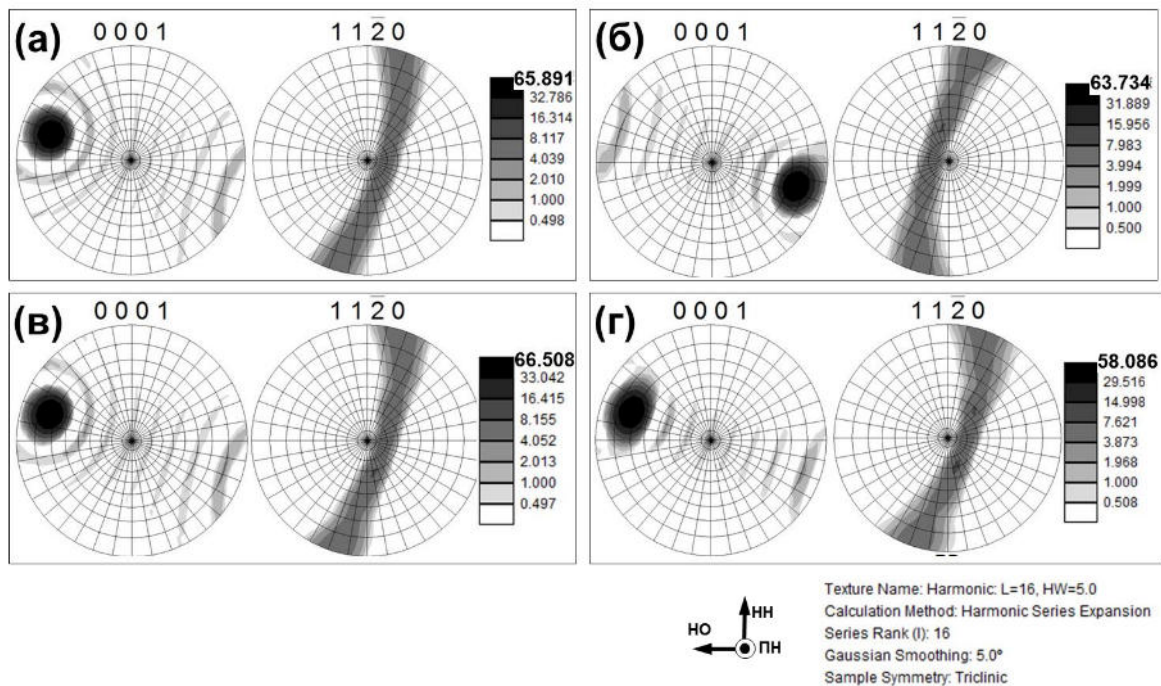
**Рис. 10.11.** Эволюция микроструктуры при высокой температуре обработки: (а) EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру, сформировавшуюся позади сварочного инструмента в ходе «stop-action» эксперимента, с выделенными участками, показывающими микроструктуру на различных дистанциях от отпечатка сварочного инструмента: (б) в непосредственной близости от отпечатка, (в) 2 мм от отпечатка, (г) 5 мм от отпечатка и (д) 8 мм от отпечатка. На EBSD карте зерна окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления обработки; на рис. (б) - (д) МУГ и БУГ обозначены белыми и темными линиями, соответственно.

#### 10.4. Эволюция микроструктуры при низких температурах

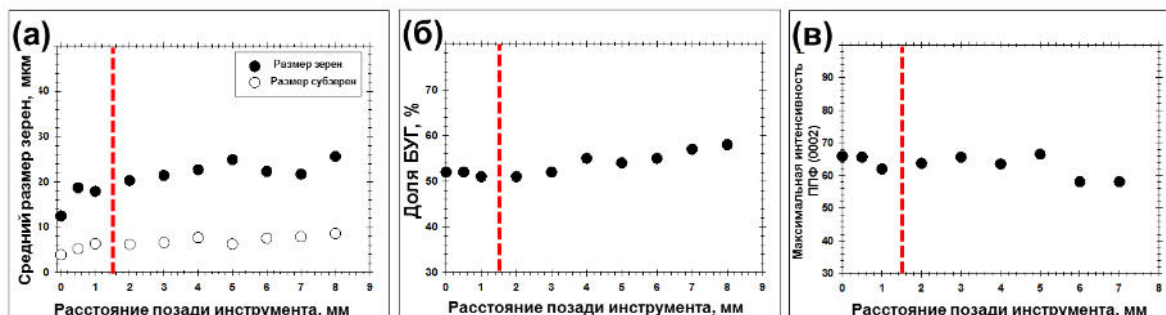
Оптическая фотография, иллюстрирующая макроструктуру, сформировавшуюся *перед* сварочным инструментом, приведена на Рис. 10.14а.

На данном снимке было выделено 5 различных микроструктурных областей (регион 1, регион 2, регион 3, регион 4 и регион 5). Типичные микроструктуры, спектры разориентировок и текстуры, выявленные в этих областях, показаны на Рис. 10.14 – 10.16 и Таблице 10.2.



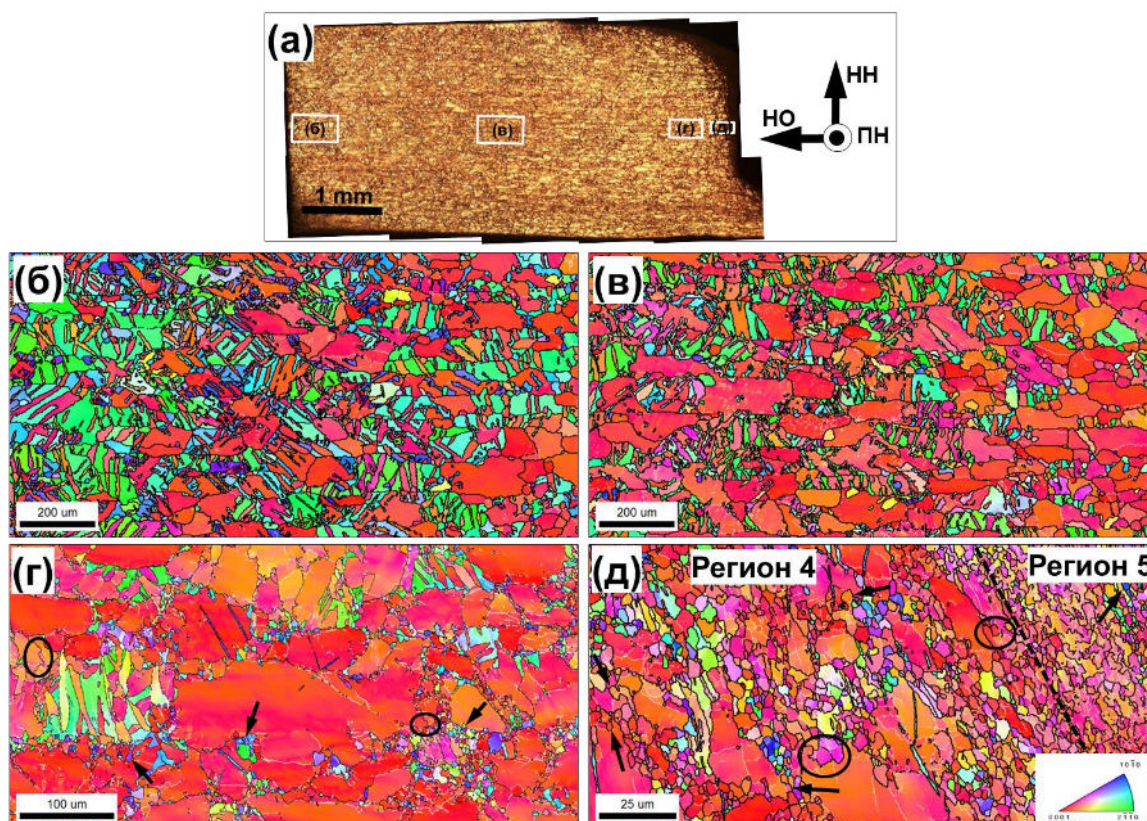


**Рис. 10.12.** ППФ {0002} и {1120}, иллюстрирующие изменения текстуры позади сварочного инструмента при относительно высокой температуре обработки: (а) текстура в непосредственной близости от инструмента, (б) 2 мм позади инструмента, (в) 5 мм позади инструмента и (г) 7 мм позади инструмента.

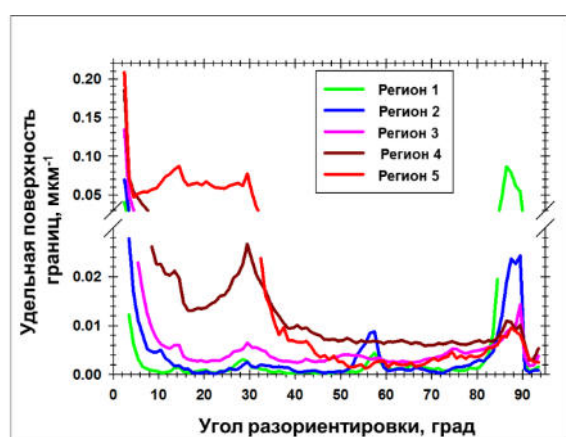


**Рисунок 10.13.** Изменение (а) среднего размера зерен и субзерен, (б) доли БУГ и (в) максимальной интенсивности на ППФ (0002) в зависимости от расстояния позади инструмента при высокотемпературной обработке в ходе «stop action» эксперимента. Примечание: красная пунктирная линия соответствует расстоянию, пройденному инструментом в ходе торможения.

Прежде всего следует отметить, что деформационная зона, образовавшаяся впереди инструмента в ходе низкотемпературной обработки была более протяженной, чем при высокотемпературной ОТП. Предполагается, что данный эффект был связан с увеличением усилия инструмента при низких температурах (Рис. 10.16), то есть, ростом приложенных напряжений, как отмечалось выше.



**Рис. 10.14.** Эволюция микроструктуры при низкой температуре обработки: (а) оптическая фотография, иллюстрирующая микроструктуру, сформировавшуюся впереди сварочного инструмента в ходе «stop-action» эксперимента, и EBSD карты, иллюстрирующие микроструктуры в характерных областях: (б) Регион 1, (в) Регион 2, (в) Регион 3 и (г) Регионы 4 и 5. На EBSD картах зерна окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления обработки; МУГ и БУГ обозначены белыми и темными линиями, соответственно. Подробности приведены в разделе 10.4.



**Рис. 10.15.** Эволюция спектра разориентировок впереди сварочного инструмента при относительно низкой температуре обработки.

Как и в высокотемпературном образце, При относительно небольших деформациях (регион 1) имело место интенсивное формирование  $\{10\bar{1}2\}$  двойников (Рис. 10.14б и 10.15, Таблица 10.2). Необходимо подчеркнуть, что понижение температуры обработки способствовало существенной интенсификации процесса



двойникования (Таблица 10.2). Кроме того, не было выявлено никаких признаков селекции двойниковых вариантов. Наоборот, в результате взаимодействия двойниковых вариантов  $(10\bar{1}2)-(01\bar{1}2)$  имело место формирование пика возле  $60^\circ$  на распределении границ по углам разориентировки (Рис. 10. 15).

**Таблица 10.2.** Изменение удельной доли границ двойников при низкотемпературной ОТП

Плоскость двойникования	Разориентировка [190]	Регион 1	Регион 2	Регион 3	Регион 4	Регион 5
<i>Основное двойникование</i>						
$\{10\bar{1}2\}$	$86^\circ <1\bar{2}10 >$	<b>68.4</b>	<b>26.8</b>	<b>6.1</b>	<b>1.6</b>	0.7
$\{10\bar{1}1\}$	$56^\circ <1\bar{2}10 >$	0.1	0.0	0.2	0.1	0.0
$\{10\bar{1}3\}$	$64^\circ <1\bar{2}10 >$	0.1	0.0	0.6	0.2	0.0
<i>Вторичное двойникование</i>						
$\{10\bar{1}1\}-\{10\bar{1}2\}$	$38^\circ <1\bar{2}10 >$	0.1	0.4	0.5	0.2	0.1
$\{10\bar{1}3\}-\{10\bar{1}2\}$	$22^\circ <1\bar{2}10 >$	0.1	0.2	0.4	0.6	0.5
<i>Взаимодействие между двойниковыми вариантами</i>						
$(10\bar{1}2)-(10\bar{1}2)$	$7^\circ <1\bar{2}10 >$	5.1	16.1	23.7	16.8	11.0
$(10\bar{1}2)-(01\bar{1}2)$	$60^\circ <10\bar{1}0 >$	<b>1.9</b>	<b>5.1</b>	0.6	0.1	0.0
$(10\bar{1}2)-(0\bar{1}12)$	$60.4^\circ <8\bar{1}\bar{7}0 >$	0.4	<b>1.3</b>	0.5	0.2	0.1

**Примечание:** разориентировка  $7^\circ <1\bar{2}10 >$  может быть также обусловлена МУГ, сформировавшимися в результате базисного скольжения.

В отличие от высокотемпературной ОТП, кристаллографическая ориентировка исходных зерен в регионе 1 претерпела существенные изменения (Рис. 10.14б). Во многих случаях базисные плоскости  $\{0002\}$  были переориентированы примерно параллельно поверхности пина, что способствовало разрушению исходной текстуры (Рис. 10.16а). Выявленное ускорение эволюции текстуры свидетельствовало об интенсификации дислокационного скольжения с понижением температуры обработки.

В *регионе 2* не было обнаружено принципиальных изменений ни в морфологии микроструктуры (Рис. 10.14в), ни в текстуре (Рис. 10.16б). Однако анализ спектра разориентировок показал существенное увеличение удельной доли разориентаций  $7.4^\circ <1\bar{2}10 >$ ,  $60^\circ <10\bar{1}0 >$  и  $60.4^\circ <8\bar{1}\bar{7}0 >$  за счет двойниковых границ  $86^\circ <1\bar{2}10 >$  (Таблица 10.2, Рис.

10.15). Данный результат был интерпретирован как следствие активизации взаимодействия между различными кристаллографическими вариантами  $\{10\bar{1}2\}$  двойников (Таблица 10.2).

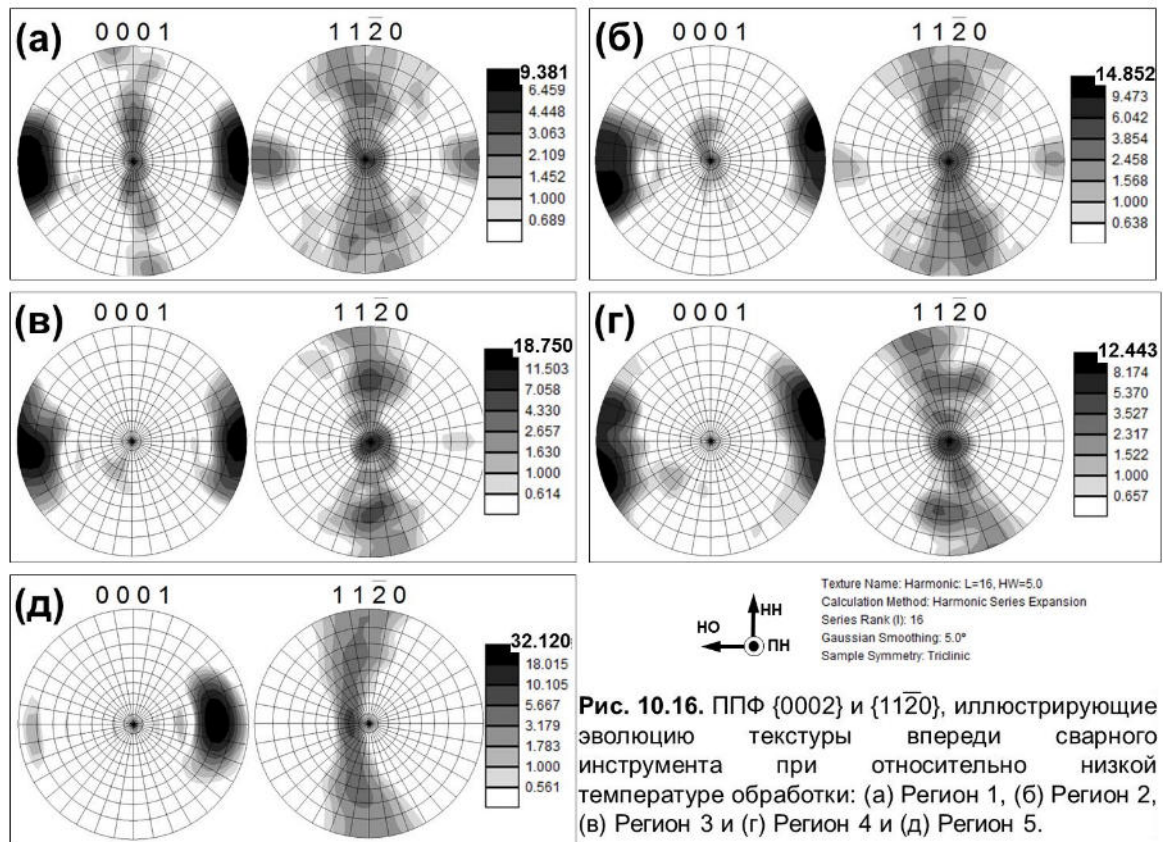


Рис. 10.16. ППФ  $\{0002\}$  и  $\{11\bar{2}0\}$ , иллюстрирующие эволюцию текстуры впереди сварного инструмента при относительно низкой температуре обработки: (а) Регион 1, (б) Регион 2, (в) Регион 3 и (г) Регион 4 и (д) Регион 5.

По мере дальнейшего увеличения деформации, в *регионе 3*, было выявлено формирование относительно мелких  $\{10\bar{1}2\}$  двойников вдоль границ исходных зерен (ряд примеров указан стрелками на Рис. 10.14г). Данный факт свидетельствовал о генерации *второго поколения двойников*; небольшой размер последних был очевидно связан с высокой плотностью дислокаций в интерьере наклепанных зерен. С другой стороны увеличение накопленной деформации способствовало интенсивному разрушению ранее образовавшихся двойников, вследствие чего общая удельная доля двойниковых разориентаций в структуре понизилась (Таблица 10.2).

В дополнение к двойникам, внутри зерен было также выявлено формирование МУГ (Рис. 10.14г). Однако данный процесс развивался

относительно вяло, и сформировавшаяся сетка субгранц было слабо развита. Кроме того, вдоль границ исходных зерен было обнаружено формирование зернограничных языков (ряд примеров выделен на Рис. 10.14г). Локальная миграция границ зерен привела к однородному увеличению удельной поверхности БУГ во всем интервале возможных разориентировок (Рис. 10.15). Исходная текстура полностью исчезла; вместо неё окончательно оформилась типичная деформационная текстура  $\{0001\}$  *uvw* (Рис. 10.16в).

В непосредственной близости от сварочного инструмента, в *регионе 4*, исходные зерна и двойники были развернуты примерно параллельно поверхности пина (Рис. 10.14д). Как и при высокотемпературной обработке, в этой области имело место формирование структуры ожерелья; данный процесс был также связан как с образованием зернограничных языков (стрелки на Рис. 10.14д), так и с постепенной трансформацией МУГ в БУГ (выделено на Рис. 10.14д). Однако, в отличие от высокотемпературной ОТП, увеличение удельной поверхности БУГ в данном микроструктурном регионе не было однородным, а наиболее интенсивно протекало в среднеугловом ( $15^\circ$ - $35^\circ$ ) диапазоне (Рис. 10.15). Исходя из этого был сделан вывод, что превращение МУГ в БУГ (т.е. *фрагментация*) играло основную роль в измельчении микроструктуры. Данный вывод находится в соответствии с отмеченной выше интенсификацией дислокационного скольжения при понижении температуры обработки. Наряду с этим следует подчеркнуть, что вклад *прерывистой рекристаллизации* в формирование микроструктуры тоже был достаточно весомым, как вытекает из Рис. 10.15. В частности, скорее всего именно этот механизм был ответственен за ослабление текстуры в регионе 4 (Рис. 10.16г). Следует также упомянуть затухание двойникования и существенное сокращение удельной доли двойниковых разориентаций (Таблица 10.2).

В материале, находившемся в непосредственном контакте со сварочным инструментом (*регион 5*), имело место формирование

типичной микроструктуры и текстуры зоны перемешивания (Рис. 10.14д и 10.16д, соответственно). Как и при высокотемпературной обработке, структурообразование в данной области определялось совместным действием *фрагментации* и *конвергенции* зерен (Рис. 10.15). Сформировавшаяся микроструктура также характеризовалась наличием двойниковых деформационных полос (стрелка на Рис. 10.14д), обусловленных, скорее всего, эффектом торможения инструмента.

По аналогии с высокотемпературным образцом, микроструктура была также исследована *позади* сварочного инструмента. Однако EBSD анализ не выявил сколь-нибудь существенных изменений ни в структуре, ни в текстуре, ни в спектре разориентировок.

### 10.5. Выводы по главе

В данной главе рассмотрена эволюция микроструктуры в ходе обработки ГПУ металлов на примере магниевого сплава AZ31. В результате работы сформулированы следующие выводы.

Уникальной чертой деформационного процесса являлось формирование очень острой аксиальной текстуры типа  $\{0001\}\langle uwvt \rangle$ , интенсивность которой до 50 раз превышала уровень фона. Вследствие соответствующего сближения кристаллографических ориентировок зерен, а также ограничений, налагаемых симметрией решетки ГПУ, в ходе деформации имело место интенсивное *уменьшение* разориентаций на границах зерен. Этот необычный эффект был назван *конвергенцией зерен*.

Во всем исследованном температурном интервале ОТП эволюция микроструктуры представляла собой сложный, многостадийный процесс. При относительно небольших накопленных деформациях имело место интенсивное механическое  $\{10\bar{1}2\}$  двойникование. По мере увеличения деформации разориентировка на двойниковых границах постепенно отклонялась от точно двойникового сопряжения, и они трансформировались в произвольные БУГ. Параллельно с этим в

интерьере зерен формировались границы деформационного происхождения. По мере дальнейшего роста деформации, форма исходных зерен и двойников подверглась существенным изменениям вследствие геометрического эффекта деформации. Интенсивное формирование зернограничных языков наряду с трансформацией МУГ в БУГ способствовали образованию специфической структуры ожерелья. В области очень больших деформаций имело место образование острой аксиальной текстуры типа  $\{0001\}$ - $\langle uwtv \rangle$ . Формирование конечной микроструктуры в зоне перемешивания определялось совместным действием фрагментации и конвергенции зерен.

Уменьшение температуры обработки с  $0,90T_m$  до  $0,55T_m$  сопровождалось ростом приложенных напряжений. Это способствовало активизации процессов механического двойникования и дислокационного скольжения, а также привело к росту вклада фрагментации при формировании конечной микроструктуры.

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

Как отмечалось в предыдущих главах, температура в ходе ОТП может достигать величин  $0,3-0,9T_m$ . В некоторых важных конструкционных материалах это может приводить к фазовым превращениям. В результате фазовых превращений структура и свойства материалов могут радикально изменяться, и, таким образом, необходимо иметь ясные представления об их механизмах. В диссертационной работе особенности фазовых превращений в ходе ОТП были исследованы в трех различных материалах, как показано в Таблице 11.1.

**Таблица 11.1.** Номенклатура сплавов и параметры ОТП, использованные для изучения фазовых превращений

Материал	Параметры ОТП	
	Скорость вращения инструмента, оборотов/мин	Скорость подачи инструмента, мм/мин
	<i>Титановые сплавы</i>	
Ti-6Al-4V	500	60
	<i>Феррито-мартенситные стали</i>	
DP 590	3000	-
DP 980	3000	-

В данной главе диссертационной работы рассмотрено фазовое превращение при ОТП титанового сплава Ti-6Al-4V (Таблица 2.3). Подробности эксперимента приведены в работах [191-194].

### 11.1. Ориентационное соотношение между $\alpha$ и $\beta$ фазами

#### *11.1.1. Морфология микроструктуры*

Типичная микроструктура, сформировавшаяся в центральной части зоны перемешивания при ОТП титанового сплава Ti-6Al-4V, показана на Рис. 11.1. Как следует из рисунка, микроструктура соответствовала классической  $\beta$  превращенной структуре титановых сплавов и включала в себя  $\beta$  превращенные зерна, окаймленные  $\alpha$  оторочкой,  $\alpha$  колонии и чередующиеся пластины  $\alpha$  и  $\beta$  фаз. Очень специфическая морфология





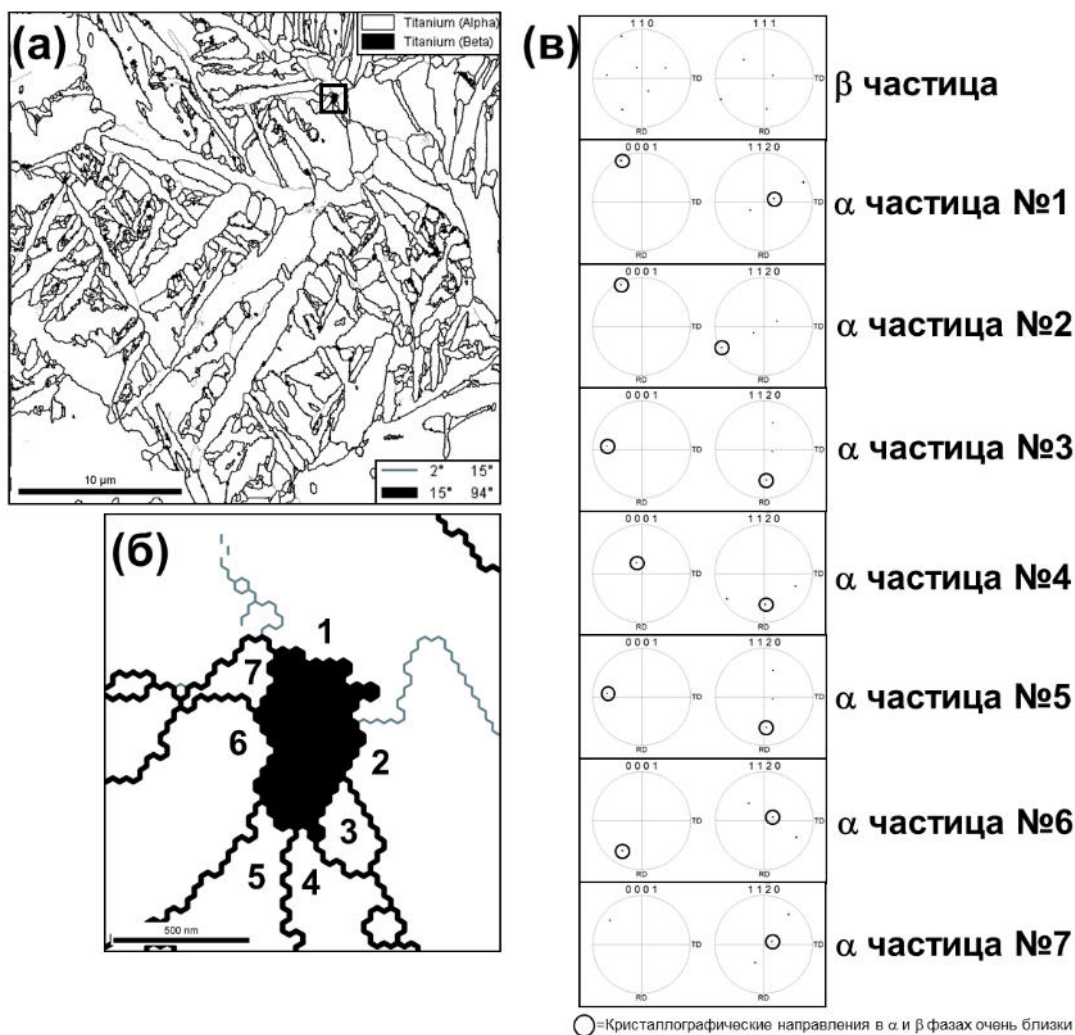
**Рисунок. 11.1.** Типичная микроструктура в зоне перемешивания СТП-шва в титановом сплаве Ti-6Al-4V.

микроструктуры недвусмысленно свидетельствовала о том, что максимальная температура в зоне перемешивания превысила  $\beta$ -трансус, и, таким образом, конечная микроструктура сформировалась в результате фазового превращения высокотемпературной  $\beta$  фазы в низкотемпературную  $\alpha$  фазу.

Следует, впрочем, отметить, что в результате этого превращения в микроструктуре также сохранилась небольшая доля (~10%) остаточной  $\beta$  фазы. Таким образом, конечная микроструктура в зоне перемешивания образовалась, главным образом, уже *после* ОТП, в ходе охлаждения материала до комнатной температуры.

### 11.1.2. Кристаллографические ориентировки смежных $\alpha$ и $\beta$ частиц

Хорошо известно, что фазовое превращение  $\beta \rightarrow \alpha$  в титановых сплавах подчиняется так называемому ориентационному соотношению Бюргерса. В соответствии с ним, плотноупакованные плоскости и плотноупакованные направления в  $\alpha$  и  $\beta$  фазах являются параллельными:  $\{0001\}_\alpha // \{110\}_\beta$  и  $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha // \langle 111 \rangle_\beta$ . Для выявления возможного ориентационного соотношения между  $\alpha$  и  $\beta$  фазами, имевшего место при ОТП, в зоне перемешивания были проанализированы кристаллографические ориентировки сопрягающихся частиц этих двух фаз. С этой целью была получена высокоразрешающая EBSD-карта микроструктуры, как показано на Рис. 11.2а; на этой карте  $\alpha$  и  $\beta$  фазы обозначены белым и черным цветом, соответственно. Типичный пример проанализированной области приведен на Рис. 11.2б.



**Рисунок 11.2.** EBSD-карта (а) с выделенным участком, показанным при большем увеличении (б) и сопоставление кристаллографической ориентировки  $\beta$  фазы и 7 смежных  $\alpha$  частиц. Подробности приведены в разделе 11.1.2

В данном случае ориентация  $\beta$  частицы была сопоставлена с ориентировками 7 смежных  $\alpha$  частиц. Соответствующие ППФ  $\{110\}$  и  $\{111\}$  для  $\beta$  фазы и  $\{0001\}$  и  $\{11\bar{2}0\}$  для  $\alpha$  фазы показаны на Рис. 11.2в. Для наглядности кристаллографические направления в  $\alpha$  и  $\beta$  фазах, являющиеся примерно параллельными, обведены кружками. Как следует из последнего рисунка, в  $\alpha$  частицах, пронумерованных от 1 до 6, кристаллографические направления  $\langle 0001 \rangle$  и  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  близки к соответствующим направлениям  $\langle 110 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$  в  $\beta$  частице. Данный факт свидетельствует о наличии ориентационного соотношения Бюргерса

между этими кристаллами. С другой стороны, из Рис. 11.2в также очевидно, что  $\beta$  частица не связана ориентационным соотношением Бюргерса с  $\alpha$  частицей №7.

В общей сложности, подобным образом были проанализированы 32 пары смежных частиц  $\alpha$  и  $\beta$  фаз, и наличие ориентационного соотношения Бюргерса было выявлено в 25 случаях.

Исходя из результатов данного эксперимента, можно предположить, что фазовое превращение  $\beta \rightarrow \alpha$  в зоне перемешивания подчинялось ориентационному соотношению Бюргерса. Однако, учитывая крайне ограниченную статистику измерений, очень трудно быть уверенным, что данный эксперимент отражал истинное положение вещей. Для этого необходимы более статистически весомые свидетельства.

### **11.1.3. Спектр разориентировок в $\alpha$ фазе**

Эти доказательства можно получить посредством анализа спектра разориентировок в  $\alpha$  фазе.

В элементарной ячейке решетки ОЦК можно выделить 6 различных плоскостей  $\{110\}$ , и в каждой из них будет лежать по 2 направления  $\langle 111 \rangle$ ; таким образом, существует 12 возможных комбинаций плоскостей  $\{110\}$  и направлений  $\langle 111 \rangle$ . Каждой из них соответствует своя комбинация плоскостей  $\{0001\}$  и направлений  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  в решетке ГПУ. Иными словами, вследствие особенностей кристаллографической симметрии в решетках ОЦК и ГПУ, любой ориентации  $\beta$  фазы соответствует 12 ориентаций  $\alpha$  фазы, при которых выполняется соотношение Бюргерса. В научной литературе эти 12 возможных ориентаций  $\alpha$  фазы называются кристаллографическими вариантами или  $\alpha$  колониями.

В зависимости от ориентировки исходного  $\beta$  зерна, эти варианты могут иметь произвольную кристаллографическую ориентацию, однако *разориентировки* между ними в пределах одного и того же  $\beta$  зерна жестко

определяются необходимостью выполнения соотношения Бюргерса. Математически эти разориентировки можно выразить как:

$$R_{V_1, V_2} = M_{\min} T_{V_2} T_{V_1}^{-1} \quad (4)$$

где  $R_{V_1, V_2}$  - матрица разориентировки между вариантами 1 и 2, а  $T_{V_1}$  и  $T_{V_2}$  - матрицы, описывающие фазовое превращение  $\beta \rightarrow \alpha$  для этих вариантов.

Всего возможно 5 различных разориентировок между  $\alpha$  вариантами, как показано в Таблице 11.2 [195-199]. Как следует из таблицы, эти разориентировки довольно специфичны, и их необычный характер может служить свидетельством ориентационного соотношения Бюргерса между  $\alpha$  и  $\beta$  фазами.

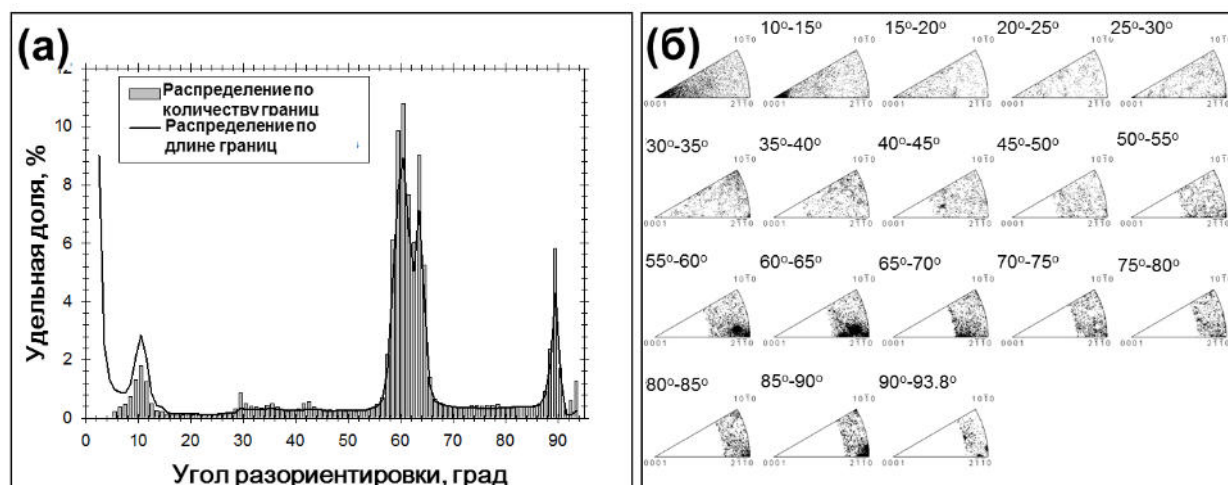
**Таблица 11.2.** Возможные разориентировки между  $\alpha$  вариантами, сформировавшимися в одном и том же исходном  $\beta$  зерне [195-199]

Разориентировка	Удельная доля*, %	Символ	Местоположение оси разориентировки
$60^\circ \langle 11\bar{2}0 \rangle$	18,2	●	
$60.83^\circ \langle \bar{1}.377; \bar{1}; 2.377; 0.359 \rangle$	36,4	○	
$63.26^\circ \langle \bar{1}0; 5; 5; \bar{3} \rangle$	18,2	■	
$90^\circ \langle \bar{1}; 2.38; 1.38; 0 \rangle$	18,2	□	
$10.53^\circ \langle 0001 \rangle$	9,0	▲	

\*При условии равноправности зарождения всех кристаллографических вариантов

Спектр разориентировок в  $\alpha$  фазе, вычисленный на основе анализа ~60 тыс.  $\alpha$  зерен, приведен на Рис. 11.3. Было построено два различных типа распределения границ по углам разориентировки, как показано на Рис. 11.3а. Распределение разориентировок *по длине* границ показано темной линией; данное распределение было построено на основе измерения разориентировок между смежными пикселями на EBSD-карте. Гистограмма на Рис. 11.3а иллюстрирует распределение разориентировок *по количеству* границ между смежными  $\alpha$  зернами. Достоинством последнего типа распределения является возможность выявления преимущественного зарождения каких-либо кристаллографических вариантов в ходе фазового превращения  $\beta \rightarrow \alpha$ . Если образование всех

вариантов равноправно, то удельная доля разориентировок между ними должна соответствовать указанной в Таблице 11.2.



**Рисунок 11.3.** Спектр разориентировок в  $\alpha$  фазе: распределения границ по углам (а) и осям (б) разориентировки. Подробности приведены в разделе 11.1.3.

Как следует из Рис. 11.3а, оба распределения по углам имели довольно специфическую форму, характеризующуюся наличием трех пиков – около  $10^\circ$ ,  $90^\circ$  и расщепленного максимума около  $60^\circ$ ; отличительной особенностью распределения границ по длине было также наличие острого малоуглового пика. Оси разворота (Рис. 11.3б) также были распределены не произвольно, а формировали один кластер около полюса  $\langle 0001 \rangle$  и 4 кластера около полюса  $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ . Сгущение осей разориентировки около полюса  $\langle 0001 \rangle$  было преимущественно образовано  $5^\circ$ - $15^\circ$  границами, в то время как кластеры около полюса  $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$  соответствовали  $55^\circ$ - $65^\circ$  и  $80^\circ$ - $90^\circ$  границам (Рис. 11.3б).

Сопоставление экспериментального (Рис. 11.3) и теоретического (Таблица 11.2) спектров разориентировок выявило очень хорошее соответствие. В общей сложности, примерно 55% границ в реальном спектре разориентировок представляли собой границы между  $\alpha$  вариантами (в пределах  $5^\circ$  отклонения от идеальной разориентировки, показанной в Таблице 11.2). Таким образом, анализ спектра

разориентировок дополнительно подтверждает, что  $\alpha$  и  $\beta$  фазы в зоне перемешивания были связаны ориентационным соотношением Бюргерса.

Следует также отметить, что удельная доля разориентаций между кристаллографическими вариантами в микроструктуре слегка отличалась от пропорции, ожидающейся при условии равноправности их зарождения (Таблица 11.2). Это свидетельствовало о том, что некоторые из вариантов имели преимущество в ходе фазового превращения. Подобный эффект обычно наблюдается при наличии текстуры в  $\beta$  фазе; последнее явление будет рассмотрено в разделе 11.3.

Важно также подчеркнуть наличие существенного углового размытия около пиков разориентаций как на распределении по углам (Рис. 11.3а), так и по осям (Рис. 11.3б). Величина этого размытия превышала экспериментальную погрешность EBSD ( $\sim 2^\circ$ ), и, таким образом, данный эффект отражал наличие реальных небольших отклонений от ориентационного соотношения Бюргерса в микроструктуре. Данный феномен описан в научной литературе [195], хотя его природа до конца не ясна. Более подробно он будет исследован в разделе 11.2.

## **11.2. Реконструкция зеренной структуры $\beta$ фазы**

### **11.2.1. Формулировка проблемы**

Как было продемонстрировано в разделе 11.1.1, пластическое течение в ходе ОТП осуществлялось в высокотемпературной  $\beta$  фазе. Однако в ходе охлаждения до комнатной температуры по завершении процесса обработки, материал претерпел фазовое превращение, и  $\beta$  фаза почти полностью превратилась в низкотемпературную  $\alpha$  фазу. Таким образом, микроструктура, доступная для исследования при комнатной температуре, не являлась «свидетелем» пластической деформации, и, следовательно, не содержала в себе информацию о ней в явном виде. Для анализа эволюции микроструктуры *непосредственно в ходе ОТП*



необходима реконструкция зеренной структуры высокотемпературной  $\beta$  фазы.

### **11.2.2. Методика реконструкции**

В данном исследовании для реконструкции зеренной структуры  $\beta$  фазы была использована методика, предложенная в работе [196]. Данный подход основывался на простой идее, что все границы разориентаций, существующие в  $\beta$  превращенной микроструктуре, можно условно разделить на два класса: (1) границы, существовавшие в  $\beta$  фазе (то есть границы между исходными  $\beta$  зернами) и (2) границы, порожденные в ходе фазового превращения  $\beta \rightarrow \alpha$  (то есть границы между  $\alpha$  вариантами). Как было показано выше, разориентировки между  $\alpha$  вариантами, зародившимися в одном и том же исходном  $\beta$  зерне, были обусловлены ориентационным соотношением Бюргерса и являлись очень специфичными (Таблица 11.2). Как следствие, границы между  $\alpha$  вариантами, принадлежащими одному и тому же  $\beta$  зерну, могут быть легко идентифицированы на EBSD-карте. При удалении их с этой карты, на ней должны остаться только границы между исходными  $\beta$  зернами. Таким образом, можно восстановить *контуры*  $\beta$ -зерен на EBSD-карте.

Из всех методик, используемых для реконструкции  $\beta$  фазы [например, 195, 196], данный подход является наиболее простым. Его безусловным преимуществом является то, что он не требует дополнительного программного обеспечения и может быть легко реализован при помощи стандартного EBSD софта.

В рамках данной работы, процедура реконструкции осуществлялась следующим образом. Разориентировки, экспериментально измеренные между соседними пикселями  $\alpha$  фазы на EBSD-карте, автоматически сравнивались с теоретическими разориентациями, приведенными в Таблице 11.2. Если расхождение между экспериментальными и

теоретическими разориентировками было в пределах  $5^\circ$  допуска, то оба соседних пиксела считались принадлежащими одному и тому же исходному  $\beta$  зерну, а граница разориентации между ними автоматически удалялась с реконструируемой EBSD-карты. И наоборот, если экспериментальная разориентировка отличалась от теоретической более чем на  $5^\circ$ , то два соседних пиксела рассматривались как принадлежащие двум разным  $\beta$  зернам, а граница разориентации между ними – как граница, существовавшая в высокотемпературной  $\beta$  фазе. В этом случае граница сохранялась на реконструируемой EBSD-карте. Дополнительно, все МУГ были также удалены с EBSD-карты, так как они могли быть порождены небольшими отклонениями от ориентационного соотношения Бюргерса (как отмечалось в разделе 11.1.3) и, таким образом, возможно, не существовали в высокотемпературной  $\beta$  фазе. Подобным образом были реконструированы контуры  $\beta$  зерен на EBSD-карте для  $\alpha$  фазы.

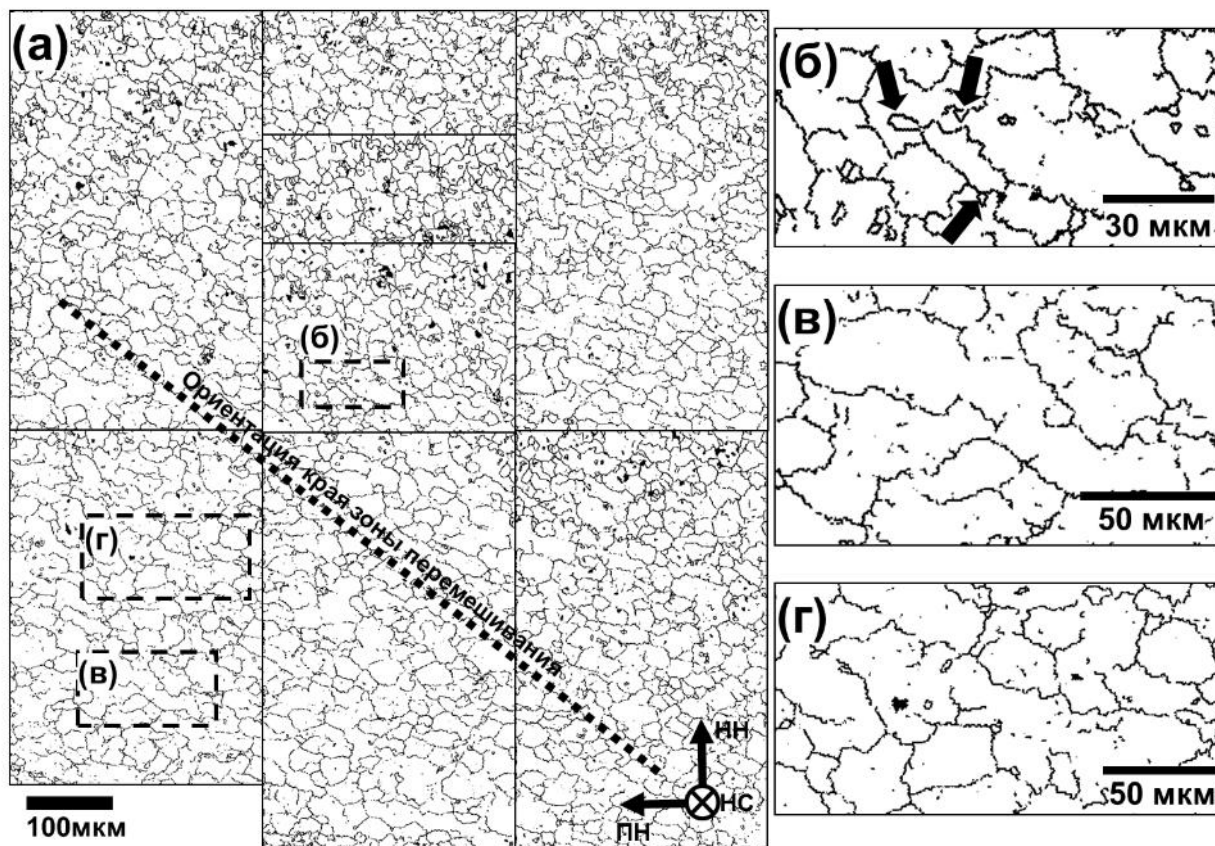
### ***11.2.3. Анализ реконструированной $\beta$ структуры***

Типичная карта реконструированной зеренной структуры  $\beta$  фазы приведена на Рис. 11.4а; выделенные участки показаны при большем увеличении на Рис. 11.4б-г. Черные кластеры на EBSD-карте соответствуют остаточной  $\beta$  фазе. Более-менее четкая зеренная структура, получившаяся на реконструированной EBSD-карте, косвенно свидетельствует в пользу корректности использованного метода реконструкции.

Карта, приведенная на Рис. 11.4, была получена на стороне RS зоны перемешивания; подобные карты были также построены для AS и центральной части зоны перемешивания.

Пунктирная линия на Рис. 11.4а обозначает ориентацию края зоны перемешивания на стороне RS. Как видно из рисунка, реконструированные  $\beta$  зерна ориентированы примерно параллельно этому краю. Направленность  $\beta$  превращенной структуры, сформировавшейся в зоне

перемешивания в ходе ОТП титанового сплава Ti-6Al-4V, также была отмечена в работе [200]. Как обсуждалось в предыдущих главах, подобное явление нередко имеет место в ходе ОТП и обусловлено геометрическим эффектом деформации.



**Рисунок 11.4.** Реконструированная зеренная структура высокотемпературной  $\beta$  фазы в зоне перемешивания (а) с выделенными областями, показанными при большем увеличении (б-г). Примечание: черные кластеры соответствуют остаточной  $\beta$  фазе. Подробности приведены в разделе 11.2.3.

Как следует из Таблицы 11.3, средний размер  $\beta$  зерен, измеренный методом секущих в различных частях зоны перемешивания, составлял примерно 30-40 мкм. Учитывая хорошо известную склонность  $\beta$  зерен к очень быстрому росту вплоть до миллиметровой величины, данный размер представляется относительно небольшим.

**Таблица 11.3.** Средний размер  $\beta$  зерен, измеренный методом секущих в различных частях зоны перемешивания

	Область внутри зоны перемешивания		
	RS	Центр	AS
Средняя длина секущей в горизонтальном/вертикальном направлении, мкм	37/36	36/31	37/32

Как следует из увеличенного изображения микроструктуры на Рис. 11.4б, границы  $\beta$  зерен характеризовались наличием «языков»; причем некоторые из них были практически полностью трансформированы в мелкие зерна (ряд примеров указан стрелками). По своей величине эти зерна значительно превосходили размер пиксела EBSD-карты (0,5 мкм) и, таким образом, их появление было вряд ли связано с ошибкой автоматического индицирования при EBSD сканировании. С другой стороны, эти мелкие зерна также не могли быть артефактом, обусловленным несовершенством процесса реконструкции  $\beta$  структуры. Как было описано в предыдущем разделе, использованный метод реконструкции подразумевал лишь удаление «лишних» границ с EBSD-карты и, следовательно, вряд ли мог способствовать появлению артефактных зерен. Таким образом, возможно, что данные маленькие зерна представляли собой реальную особенность микроструктуры  $\beta$  фазы. В этом случае их появление может служить признаком начального этапа *прерывистой рекристаллизации*. Является очевидным, впрочем, что объемная доля этих зерен в микроструктуре была мала. Следовательно, даже если рекристаллизация и имела место, представляется маловероятным, что её вклад в эволюцию микроструктуры был сколь-нибудь значительным.

Характерной особенностью реконструированной  $\beta$  структуры была приблизительно равноосная форма зерен (Рис. 11.4а, Таблица 11.3). Однако детальный анализ EBSD-карты также выявил наличие в микроструктуре отдельных сильно вытянутых зерен, как иллюстрировано на Рис. 11.4в-г. Как правило, эти вытянутые зерна содержали поперечные субграницы, стремящиеся разделить их на цепочки примерно равноосных

субзерен (некоторые примеры указаны стрелками на Рис. 11.4г). Исходя из этого, можно допустить, что формирование равноосной зеренной структуры в зоне перемешивания было обусловлено предварительным вытягиванием  $\beta$  зерен в результате геометрического эффекта деформации и их последующим поперечным «делением».

Наличие субструктуры внутри  $\beta$  зерен (и, следовательно, непостоянство кристаллографической ориентировки внутри них) объясняет небольшие отклонения от ориентационного соотношения Бюргера, отмеченные в разделе 11.1.3.

Таким образом, на основе анализа реконструированной структуры, можно предположить, что эволюция микроструктуры в ходе деформации в высокотемпературной  $\beta$  фазе представляла собой довольно сложный процесс, включавший в себя рост зерен, их геометрическое вытягивание и последующее поперечное деление. Возможно также, что имела место частичная рекристаллизация.

### **11.3. Кристаллографическая текстура в $\beta$ фазе**

#### ***11.3.1. Формулировка проблемы***

Как было показано в разделе 11.2.2, самым большим преимуществом метода, использованного в данной работе для реконструкции зеренной структуры  $\beta$  фазы, была его простота. Однако расплатой за эту простоту был весьма ограниченный объем данных, который можно было получить с его помощью. В частности, данная методика не позволяла реконструировать текстуру, сформировавшуюся в  $\beta$  фазе. Это являлось довольно большим недостатком, поскольку текстурный анализ мог бы быть очень полезен для фундаментального понимания пластического течения материала в ходе ОТП.

Как отмечалось выше, несмотря на фазовое превращение  $\beta \rightarrow \alpha$ , в материале оставалась небольшая объемная доля (~10%) остаточной  $\beta$

фазы. В принципе, её анализ может предоставить некоторую информацию о текстуре, сформировавшейся в высокотемпературной  $\beta$  фазе. Однако, вследствие очень низкого содержания этой остаточной фазы в материале, невозможно было быть уверенным, что такого рода данные будут статистически представительными. Статистически значимая информация может быть получена только в результате анализа текстуры в  $\alpha$  фазе.

### **11.3.2. Методика оценки текстуры высокотемпературной $\beta$ фазы**

В связи с вышеизложенным, автором был предложен простой подход, позволяющий *оценить* текстуру, сформировавшуюся в высокотемпературной  $\beta$  фазе в ходе ОТП [193]. Суть этого метода изложена в данном разделе.

Как было показано в главе 4, макроскопическая схема деформации при ОТП близка к простому сдвигу. Как следствие, для предварительной оценки текстуры, сформировавшейся в ОЦК материалах, не обязателен анализ всей функции распределения ориентировок, а может быть достаточно всего двух прямых полюсных фигур –  $\{110\}$  и  $\{111\}$  (Рис. 4.2б).

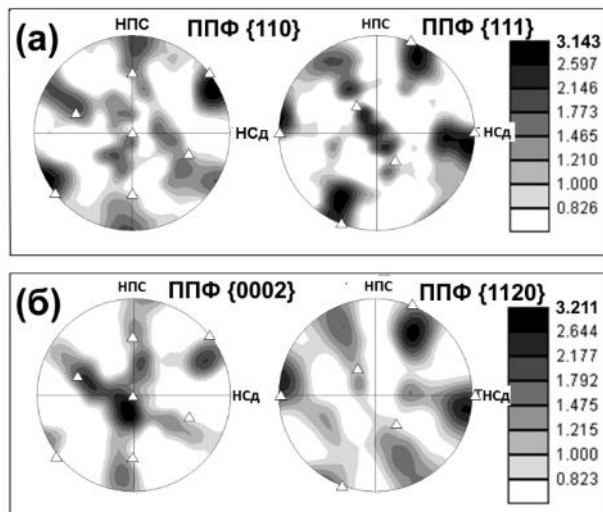
Как было продемонстрировано в разделе 11.1, фазовое превращение в зоне перемешивания подчинялось ориентационному соотношению Бюргерса, в соответствии с которым  $\{110\}_\beta // \{0001\}_\alpha$  и  $\langle 111 \rangle_\beta // \langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$ . Параллельность плотноупакованных плоскостей и направлений в двух фазах означает, что ППФ  $\{0001\}$  и  $\{11\bar{2}0\}$   $\alpha$  фазы могут быть использованы *вместо* прямых полюсных фигур  $\{110\}$  и  $\{111\}$   $\beta$  фазы для анализа текстуры простого сдвига, сформировавшейся в ней. Это дает возможность оценить текстуру  $\beta$  фазы посредством анализа полюсных фигур, полученных с  $\alpha$  фазы.

Подобный подход был успешно использован в работе [201] для изучения текстуры, образовавшейся при СТП псевдо- $\alpha$  титанового сплава.



### 11.3.3. Текстульный анализ

Прямые полюсные фигуры  $\{110\}$  и  $\{111\}$ , а также  $\{0001\}$  и  $\{11\bar{2}0\}$ , иллюстрирующие текстуру, соответственно, в остаточной  $\beta$  и  $\alpha$  фазах, приведены на Рис. 11.5. Все ППФ на данном рисунке были надлежащим образом развернуты в соответствии с геометрией простого сдвига и представлены в обычной системе координат: направление сдвига (НСд) – направление нормали к плоскости сдвига (НПС). Для наглядности на полюсных фигурах отмечена ориентировка  $D_2(\bar{1}\bar{1}2)[111]$  идеальной текстуры простого сдвига. Как следует из сопоставления рисунков 11.5а и 11.5б, хотя пары ППФ в двух фазах  $\{110\}_\beta/\{0001\}_\alpha$  и  $\{111\}_\beta/\{11\bar{2}0\}_\alpha$  не были



**Рисунок 11.5.** Прямые полюсные фигуры, построенные на основе текстурного анализа в остаточной  $\beta$  фазе (а) и  $\alpha$  фазе (б). Белые треугольники соответствуют ориентировке  $D_2(\bar{1}\bar{1}2)[111]$  идеальной текстуры простого сдвига в решетке ОЦК. Подробности приведены в разделе 11.3. НПС и НСд обозначают нормаль к плоскости сдвига и направление сдвига соответственно.

абсолютно идентичными, соответствие между ними представляется вполне удовлетворительным. Это еще раз подтверждает ориентационное соотношение Бюргера между фазами, установленное в разделе 11.1. Учитывая очень низкую статистическую выборку кристаллографических измерений в остаточной  $\beta$  фазе, наличие некоторых расхождений между соответствующими полюсными

фигурами для  $\alpha$  и  $\beta$  фаз представляется вполне естественным.

Как следует из сопоставления с идеальными текстурами простого сдвига в ОЦК-кристаллах (Рис. 4.2б), экспериментальная текстура в обеих фазах с некоторым приближением может быть описана в рамках суперпозиции аксиальной текстуры типа  $\{hkl\}\langle 111\rangle$  и идеальной текстуры простого сдвига  $D_2(\bar{1}\bar{1}2)[111]$ . Во всех случаях

экспериментальные максимумы текстуры характеризовались некоторым угловым размытием и были несколько смещены от своих идеальных положений. Последний эффект был, по-видимому, всего связан с небольшими отклонениями реального направления и плоскости сдвига от теоретических.

Выявление текстуры простого сдвига  $D_2(\bar{1}\bar{1}2)[111]$  в  $\beta$  фазе хорошо соотносится с литературными данными [138, 201-203]. Данный факт, скорее всего, означает, что пластическое течение в ходе ОТП в высокотемпературной  $\beta$  фазе в основном осуществлялось посредством дислокационного скольжения по системе  $\{112\}\langle 111\rangle$ .

С другой стороны, из полученных данных также следует, что низкотемпературная  $\alpha$  фаза, формирующаяся в ходе фазового превращения  $\beta \rightarrow \alpha$  после СТП, наследует текстуру высокотемпературной  $\beta$  фазы. Данное явление, очевидно, связано с ориентационным соотношением Бюргерса, управляющего фазовым превращением.

Следует также отметить, что соответствие экспериментальных данных с научной литературой свидетельствует в пользу дееспособности предложенной методики текстурного анализа. Таким образом, текстуру, формирующуюся в ходе ОТП титанового сплава Ti-6Al-4V в высокотемпературной  $\beta$  фазе, можно оценить посредством изучения ППФ  $\{0001\}$  и  $\{11\bar{2}0\}$  низкотемпературной  $\alpha$  фазы.

#### 11.4. Выводы по главе

В данной главе было исследовано формирование микроструктуры и текстуры в ходе ОТП титанового сплава Ti-6Al-4V. На основе полученных результатов были сформулированы следующие выводы.

- 1) На основе прямого сравнения кристаллографических ориентировок сопрягающихся  $\alpha$  и  $\beta$  фаз, а также исходя из специфического характера спектра разориентировок в  $\alpha$  фазе, было установлено, что фазовое

превращение  $\beta \rightarrow \alpha$ , имевшее место после ОТП, подчинялось ориентационному соотношению Бюргерса. Было показано, что зарождение кристаллографических  $\alpha$  вариантов в ходе этого превращения было не вполне равноправным. Наличие значительной доли МУГ в  $\beta$  превращенной микроструктуре, а также небольшие отклонения от точного ориентационного соотношения Бюргерса при фазовом превращении были обусловлены наличием субструктуры (и, следовательно, непостоянством кристаллографической ориентировки) внутри  $\beta$  зерен.

2) На основе реконструкции зеренной структуры в высокотемпературной  $\beta$  фазе было показано, что эволюция микроструктуры непосредственно в ходе ОТП представляла собой довольно сложный процесс. Он включал в себя рост  $\beta$  зерен, их вытягивание в результате геометрического эффекта деформации, а также последующее поперечное деление в результате развития субструктуры. Возможно также, что имела место ограниченная прерывистая рекристаллизация, в ходе которой формирование зародышей происходило по механизму образования зернограничных «языков».

3) Предложена простая методика оценки текстуры, сформировавшейся в высокотемпературной  $\beta$  фазе. Данный подход основан на ориентационном соотношении Бюргерса, связывающего  $\alpha$  и  $\beta$  фазы, а его основная идея заключается в использовании текстуры  $\alpha$  фазы для анализа пластического течения в  $\beta$  фазе. Совместно с непосредственным измерением кристаллографических ориентировок в остаточной  $\beta$  фазе, применение данного метода показало, что в ходе ОТП имело место формирование аксиальной текстуры типа  $\{hkl\} \langle 111 \rangle$  и идеальной текстуры простого сдвига  $D_2(\bar{1} \bar{1} 2)[111]$ . Данный результат был интерпретирован как признак того, что пластическое течение при деформации в  $\beta$  фазе в основном осуществлялось посредством дислокационного скольжения по системе  $\{112\} \langle 111 \rangle$ . Текстура,

сформировавшаяся в  $\beta$  фазе, была наследована  $\alpha$  фазой в ходе последующего фазового превращения  $\beta \rightarrow \alpha$ .

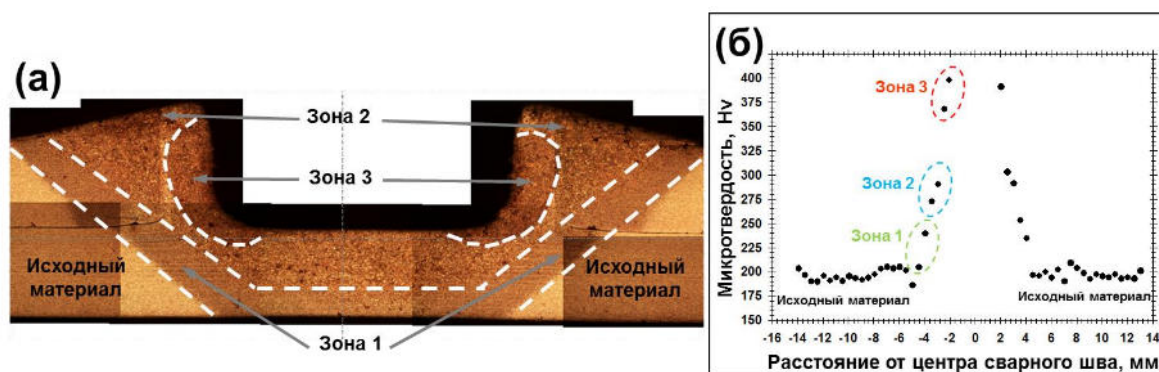
## ГЛАВА 12 МАРТЕНСИТНОЕ ПРЕВРАЩЕНИЕ ПРИ ОТП ФЕРРИТО-МАРТЕНСИТНЫХ СТАЛЕЙ

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 [2,3]. Данное обстоятельство обусловило повышенный интерес к этому явлению.

В данной главе диссертационной работы мартенситное превращение в ходе ОТП рассмотрено на примере феррито-мартенситной стали DP 590 (Таблица 2.5). Подробности эксперимента описаны в работах [204-206].

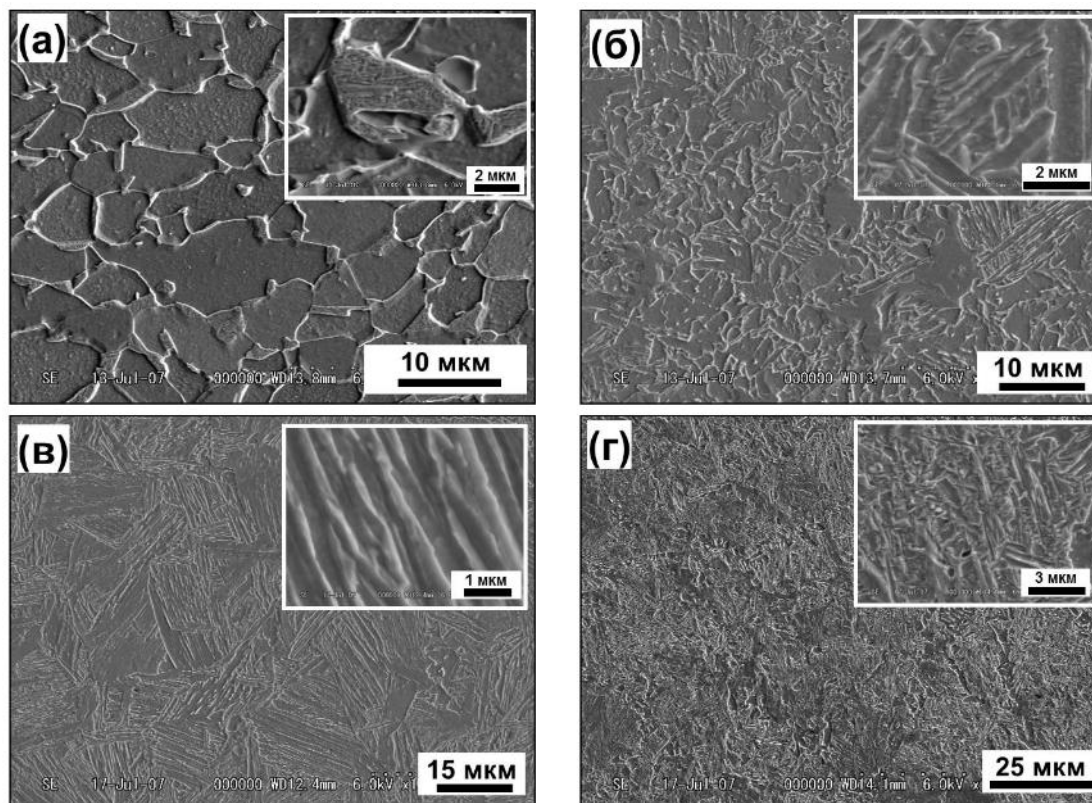
### 12.1. Микроструктура в зоне обработки

*Макроструктура*, сформировавшаяся в ОТП-зоне, приведена на Рис. 12.1а. Как следует из рисунка, материал претерпел существенные структурные изменения в ходе ОТП.



**Рисунок 12.1.** Макроструктура, сформировавшаяся после обработки феррито-мартенситной стали DP 590 (а) и распределение микротвердости в зоне обработки (б).

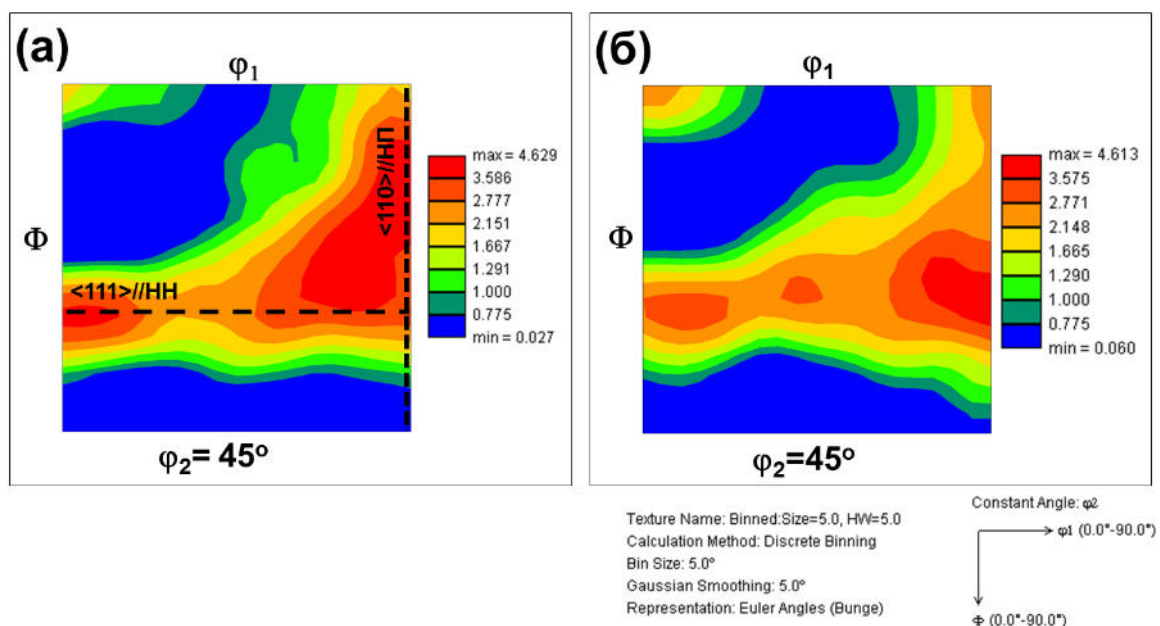
Исходя из варьирования морфологии микроструктуры, было выделено три различных зоны, как обозначено на Рис. 12.1а. Типичные *микроструктуры*, образовавшиеся внутри них, показаны на Рис. 12.2; изменение микротвердости иллюстрировано на Рис. 12.1б.



**Рисунок 12.2.** Микроструктура в различных областях ОТП зоны в феррито-мартенситной стали DP590: исходный материал (а), зона 1 (б), зона 2 (в), зона 3 (г). Примечание: увеличенные изображения микроструктуры показаны в правых верхних углах соответствующих рисунков.

Как следует из Рис. 12.2а, в исходном состоянии материал характеризовался типичной для данного класса сталей микроструктурой, состоящей из ферритной матрицы и мартенситных частиц. Мартенсит преимущественно располагался по границам ферритных зерен; увеличенное изображение мартенситной частицы показано в правом верхнем углу Рис. 12.2а. Подобные микроструктуры обычно формируются посредством закалки из феррито-аустенитной области фазовой диаграммы и обеспечивают хорошее сочетание прочности и пластичности. В исследуемом материале объемная доля мартенсита составляла около 11,5%. Средний размер зерен феррита был примерно 4 мкм в продольном направлении и около 3 мкм в поперечном. EBSD-анализ показал, что текстура феррита представляла собой суперпозицию аксиальных текстур типа  $\{hk\ell\}\langle 110\rangle$  и  $\{111\}\langle uvw\rangle$  (Рис. 12.3а).





**Рисунок 12.3.** Текстура феррита в исходном материале (а) и в зоне 1 (б). В обоих случаях текстура представлена двумерным сечением ( $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ) функции распределения ориентировок в трехмерном пространстве углов Эйлера при значении угла  $\varphi_2=45^\circ$ . На рисунке (а) обозначены проекции аксиальных текстур типа  $\{111\}\langle uvw \rangle$  и  $\{hkl\}\langle 110 \rangle$ .

В зоне 1 объемная доля мартенсита возросла до 30-35% (Рис. 12.2б). Это способствовало существенному упрочнению материала (Рис. 12.16). Морфология мартенсита существенно изменилась: вместо зернограничных частиц имело место образование относительно грубого пластинчатого мартенсита, произвольно распределенного в микроструктуре (вставка в правом верхнем углу Рис. 12.2б). Специфическая морфология микроструктуры свидетельствовала о том, что в ходе ОТП температура в зоне 1 превысила линию  $A_1$  фазовой диаграммы, и, таким образом, материал находился в феррито-аустенитной области; по завершении процесса обработки аустенит превратился в мартенсит. С другой стороны, EBSD-анализ показал, что текстура в феррите не изменилась существенно по сравнению с исходным состоянием (Рис. 12.3б). Исходя из этого, можно заключить, что материал в зоне 1 не испытал значительных деформаций и, следовательно, данный микроструктурный регион представлял собой зону термического влияния.

В зоне 2 объемная доля мартенсита достигла почти 100% (Рис. 12.2в). Как следствие, микротвердость возросла до величины  $\sim 300$  Hv (Рис. 12.16).

Исходя из этого, можно заключить, что в ходе обработки температура в зоне 2 превысила линию  $A_3$  на фазовой диаграмме, и, соответственно, материал находился в однофазной аустенитной области; при последующем охлаждении по окончании ОТП аустенит трансформировался в мартенсит. В сформированной микроструктуре выявляются довольно крупные исходные аустенитные зерна и пакеты мартенсита (Рис. 12.2в); толщина мартенситных пластин составляла 0,3-0,5 мкм (вставка в правом углу рисунка).

Микроструктура зоны 3 также практически полностью состояла из мартенсита (Рис. 12.2г), свидетельствуя, таким образом, что в ходе ОТП материал в этом микроструктурном регионе находился в аустенитной фазовой области. Однако размер мартенситных пластин в зоне 3 был заметно дисперснее, чем в зоне 2 (вставка в правом верхнем углу Рис. 12.2г); кроме того, в микроструктуре не выявлялись исходные аустенитные зерна и мартенситные пакеты (Рис. 12.2г). Микротвердость в зоне 3 существенно возросла, достигнув  $\sim 400$  Нв (Рис. 12.1б). Возможные причины всех этих эффектов будут рассмотрены в разделах 12.4 и 12.5.

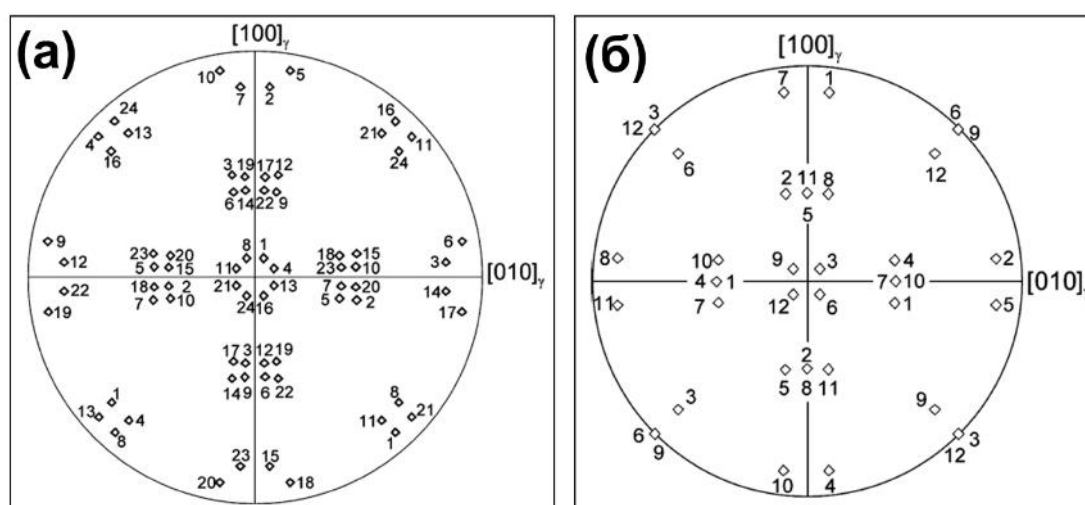
Следует также отметить, что, согласно результатам EBSD-анализа, объемная доля остаточного аустенита во всех трех микроструктурных зонах составляла менее 0,5%. Таким образом, вряд ли эта фаза могла сколь-нибудь существенно влиять на свойства обработанного материала.

## 12.2. Кристаллографический анализ мартенсита

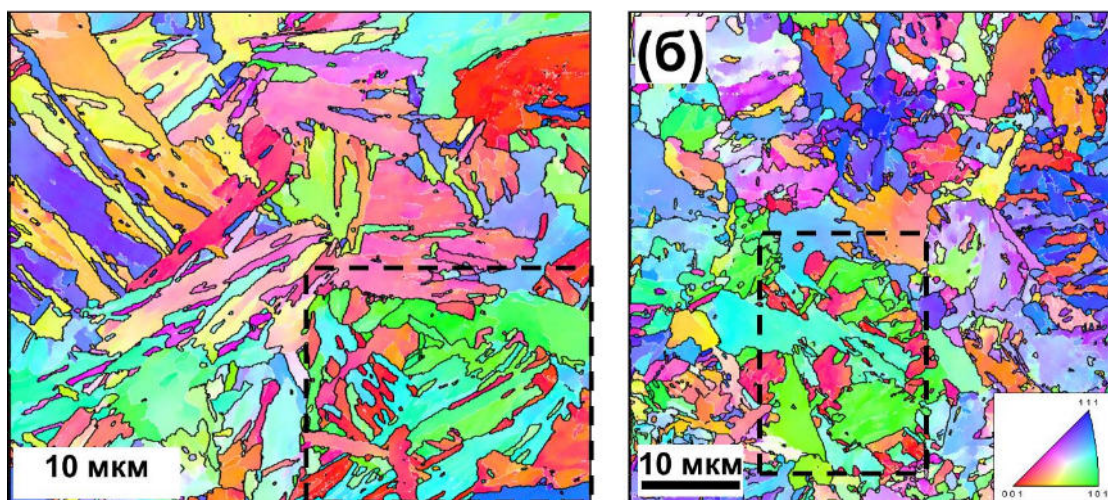
Хорошо известно, что мартенситное превращение в сталях может управляться либо ориентационным соотношением Курдюмова-Закса  $\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha$ ,  $\langle 110 \rangle_\gamma // \langle 111 \rangle_\alpha$ , либо Нишиямы-Вассермана  $\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha$ ,  $\langle 112 \rangle_\gamma // \langle 110 \rangle_\alpha$ . По аналогии с фазовым превращением  $\beta \rightarrow \alpha$  в титановых сплавах, рассмотренным в предыдущей главе, мартенситное превращение в сталях также характеризуется наличием кристаллографических вариантов – 24 при соотношении Курдюмова-Закса

и 12 при соотношении Нишиямы-Вассермана. Идеальные ППФ  $\{100\}$ , иллюстрирующие ориентировку различных кристаллографических вариантов мартенсита, формирующихся внутри одного и того же исходного аустенитного зерна при условии выполнения этих двух ориентационных соотношений, приведены на Рис. 12.4; числовые обозначения на полюсных фигурах соответствуют номерам вариантов [207, 208].

Для выявления возможного ориентационного соотношения между аустенитом и мартенситом, имевшего место в условиях рассматриваемого эксперимента, микроструктуры в зонах 2 и 3 были исследованы посредством высокоразрешающего EBSD-анализа. Полученные EBSD-карты показаны на Рис. 12.5; на данных картах зерна окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентацией (цветовой код дан в правом нижнем углу Рис. 12.5б), а МУГ и БУГ обозначены, соответственно, светлыми и темными линиями.

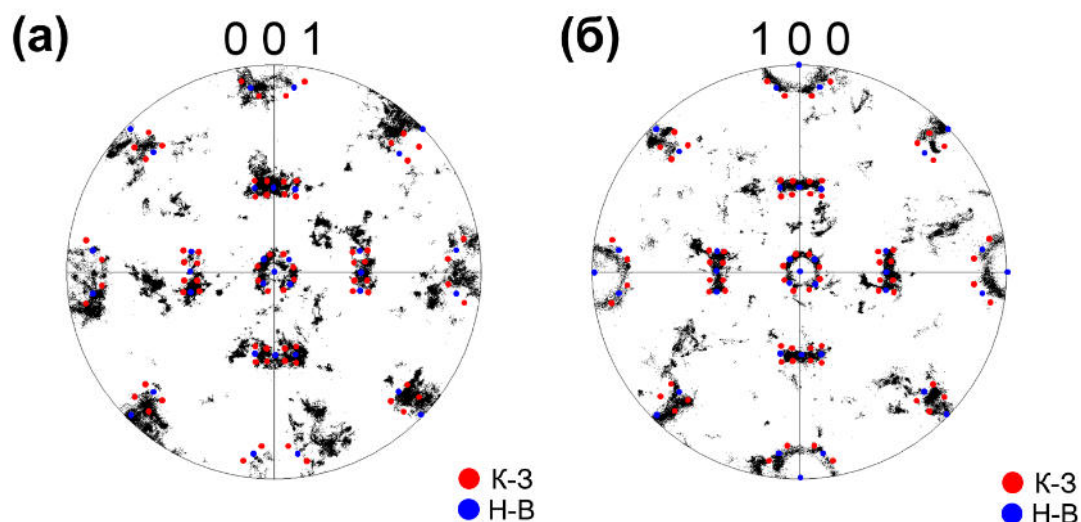


**Рисунок 12.4.** Идеальные прямые полюсные фигуры  $\{100\}$ , иллюстрирующие ориентировку различных кристаллографических вариантов мартенсита, формирующихся внутри одного и того же исходного аустенитного зерна при ориентационном соотношении Курдюмова-Закса [207] (а) и Нишиямы-Вассермана [208] (б). Примечание: цифровые обозначения на полюсных фигурах соответствуют номерам кристаллографических вариантов.



**Рисунок 12.5.** EBSD-карты микроструктуры в зоне 1 (а) и в зоне 2 (б). Выделенные участки на обоих рисунках предположительно соответствуют индивидуальным исходным аустенитным зернам. Ориентационные данные, полученные с этих областей, даны в виде прямых полюсных фигур на Рис. 12.6.

На картах были выявлены участки, предположительно представляющие собой индивидуальные исходные аустенитные зерна (выделены на Рис. 12.5). Ориентационные данные, полученные с этих областей, даны в виде прямых полюсных фигур {100} на Рис. 12.6. Красные и синие кружки на этом рисунке соответствуют кристаллографическим вариантам Курдюмова-Закса и Нишиямы-Вассермана.



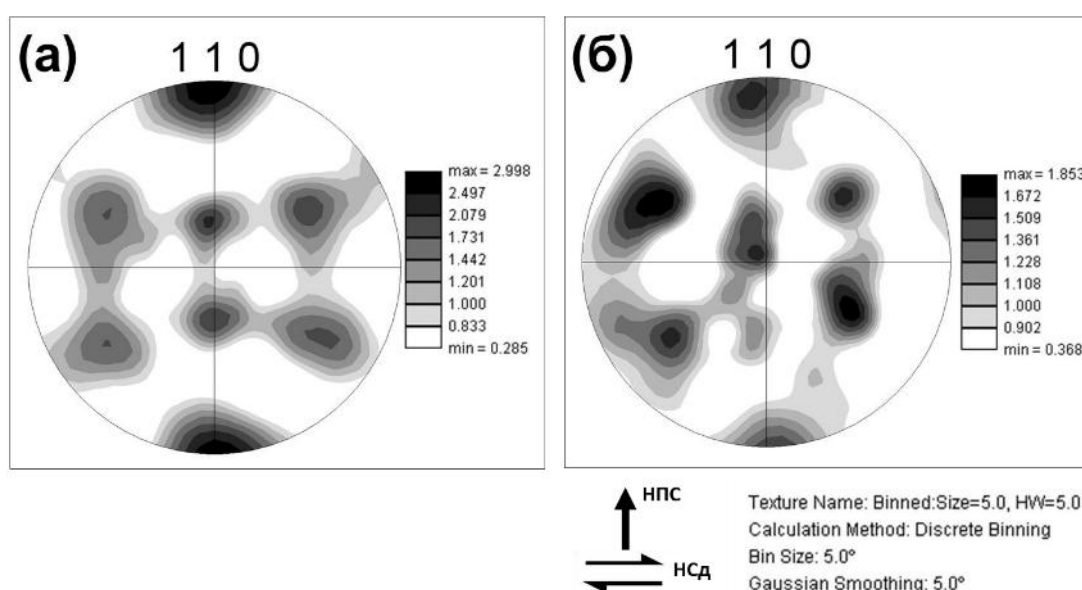
**Рисунок 12.6.** Типичные экспериментальные ППФ {100}, полученные с индивидуальных исходных аустенитных зерен в зоне 1 (а) и в зоне 2 (б). Красные и синие кружки соответствуют кристаллографическим вариантам ориентационного соотношения Курдюмова-Закса (К-3) и Нишиямы-Вассермана (Н-В). Примечание: полюсные фигуры были надлежащим образом развернуты для сравнения с идеальными ППФ на рисунке 12.3.

Исходя из кольцевого характера текстурных пиков на вертикальных, горизонтальных и центральном полюсах экспериментальных ППФ (Рис. 12.6), можно предположить, что искомое соотношение было близко к соотношению Курдюмова-Закса (Рис. 12.4а). Наряду с этим следует отметить значительный экспериментальный разброс текстурных данных (Рис. 12.6). Этот разброс значительно превышает угловую погрешность EBSD ( $\sim 1^\circ$ ) и, таким образом, скорее всего, отражает реальный ориентационный градиент, существующий в мартенситной фазе. Как следствие этого градиента, экспериментальные текстурные пики можно также интерпретировать и в рамках ориентационного соотношения Нишиямы-Вассермана (Рис. 12.4б). Иными словами, экспериментальные данные не дают однозначного ответа, какое именно соотношение – Курдюмова-Закса, Нишиямы-Вассермана или оба сразу – управляло мартенситным превращением.

Как известно, разница между ориентационными соотношениями Курдюмова-Закса и Нишиямы-Вассермана является очень небольшой. С другой стороны, также является общепринятым, что мартенситное превращение в сталях сопровождается существенным дилатационным эффектом, порождающим большой фазовый наклеп и сопутствующие внутренние напряжения. Можно предположить, что в условиях больших деформаций аустенита в ходе ОТП этот эффект еще более усиливается, что и ведет к появлению большого ориентационного градиента в мартенсите (Рис. 12.6). В этой связи, рассмотрение мартенситного превращения в рамках соотношения только Курдюмова-Закса или только Нишиямы-Вассермана представляется не вполне корректным. Учитывая значительный изгиб-кручение решетки мартенсита, более целесообразным представляется использование смешанной модели, в соответствии с которой эти два ориентационных соотношения задействованы одновременно.

### 12.3. Анализ кристаллографической текстуры в аустенитной фазе

Оба ориентационных соотношения, задействованных в ходе мартенситного превращения, характеризуются выравниванием плотноупакованных плоскостей  $\{111\}$  аустенита с плотноупакованными плоскостями  $\{110\}$  мартенсита. Как показано в разделе 11.3.2, данное обстоятельство может быть использовано для анализа текстуры простого сдвига, сформировавшейся в высокотемпературной фазе. В данном случае ППФ  $\{110\}$  мартенсита могут быть использованы вместо ППФ  $\{111\}$  аустенита для исследования текстуры деформации.



**Рисунок 12.7.** ППФ  $\{110\}$ , полученные с мартенситной фазы, но иллюстрирующие текстуру в аустенитной фазе в зоне 2 (а) и в зоне 3 (б). Подробности приведены в разделе 12.3. НПС и НСд обозначают нормаль к плоскости сдвига и направление сдвига соответственно.

Соответствующие текстурные данные для зоны 2 и зоны 3 приведены на Рис. 12.7. Как следует из их сопоставления с идеальными текстурами простого сдвига в ГЦК решетке (Рис. 4.2а), в текстуре аустенита преобладали ориентировки типа  $A/\bar{A}\{111\}\langle 110\rangle$ . Данный результат хорошо соотносится с непосредственными измерениями текстур, формирующихся в ходе ОТП аустенитных сталей [141-143] и латуни [169]. Как отмечалось в главе 4, формирование этого типа текстуры простого



сдвига может быть связано с относительно низкой энергией дефекта упаковки в аустените, затрудняющей поперечное скольжение дислокаций.

Как и при фазовом превращении в титановом сплаве, рассмотренном в предыдущей главе, образовавшийся мартенсит «унаследовал» текстуру деформации, сформировавшуюся в высокотемпературной фазе.

Образование текстур простого сдвига в зонах 2 и 3 означает, что эти микроструктурные области подверглись значительной деформации в ходе ОТП. Поскольку зона 3 находилась в непосредственном контакте со сварочным инструментом (Рис. 12.1а), она, скорее всего, представляла собой зону перемешивания. Соответственно, зона 2, не соприкасавшаяся с инструментом (Рис. 12.1а), по всей видимости, являлась зоной термомеханического влияния.

#### **12.4. Анализ зеренной структуры аустенита**

Как отмечалось в разделе 12.1, зона 3 характеризовалась относительно дисперсным размером мартенсита. Одной из возможных причин этого эффекта могло служить измельчение микроструктуры аустенита в ходе ОТП. Для проверки этого предположения была предпринята попытка реконструкции зеренной структуры аустенита в соответствии с методикой, описанной в разделе 11.2.2. Список возможных разориентировок между мартенситными вариантами, зародившимися в одном и том же исходном аустенитном зерне и обусловленными ориентационными соотношениями Курдюмова-Закса, Нишиямы-Вассермана, а также смешанной моделью, приведены в Таблице 12.1 [209].

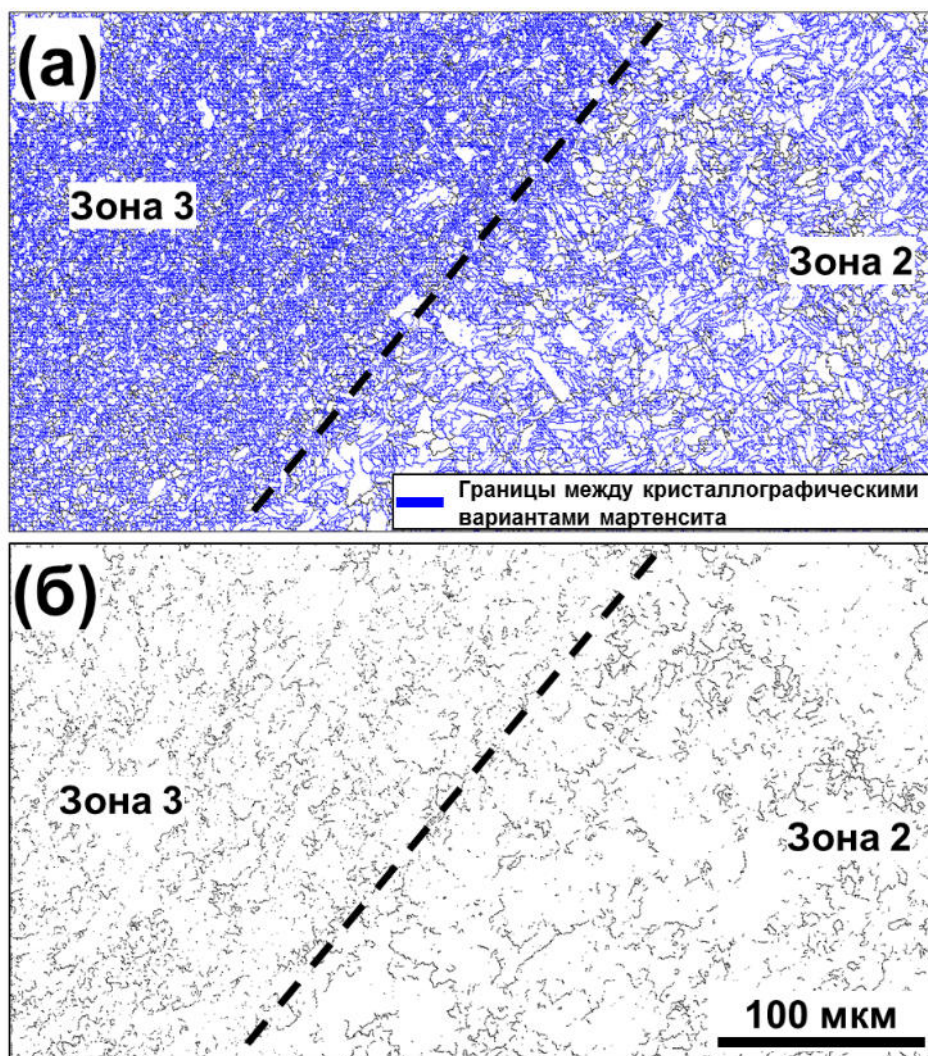
Карта EBSD, иллюстрирующая зеренную структуру мартенсита в переходной области между зонами 2 и 3, приведена на Рис. 12.8а. Границы между кристаллографическими вариантами мартенсита, соответствующими смешанной модели, обозначены синими линиями. Как следует из данной карты, действительно, переход в зону 3 сопровождался существенным измельчением кристаллов мартенсита.

**Таблица 12.1.** Возможные разориентировки между мартенситными вариантами, образовавшимися в одном и том же исходном аустенитном зерне [209]

Ориентационное соотношение Курдюмова-Закса	Ориентационное соотношение Нишиямы-Вассермана	Смешанная модель
11° <111>	7° <12;5;11>	5° <111>
11° <110>	14° <12;12;1>	5° <110>
15° <16;6;1>	14° <17;1;0>	12° <20;8;5>
21° <20;20;11>	18° <27;11;1>	12° <23;13;6>
21° <29;9;0>	19° <100>	17° <13;2;2>
21° <20;9;0>	19° <110>	17° <16;11;5>
47° <22;19;9>	49° <17;16;8>	20° <22;15;5>
49° <110>	50° <11;11;3>	20° <27;6;4>
49° <111>	50° <443>	49° <20;19;7>
51° <21;14;13>	54° <331>	49° <17;13;9>
51° <20;16;5>	54° <21;16;12>	50° <544>
52° <20;20;11>	55° <16;13;13>	50° <22;20;3>
58° <20;17;10>	55° <22;20;3>	51° <17;14;10>
58° <21;18;7>	57° <19;16;8>	51° <18;16;7>
60° <111>	60° <110>	52° <13;11;6>
60° <110>	60° <111>	52° <21;18;8>
		55° <110>
		55° <111>
		56° <17;14;4>
		56° <322>
		58° <19;18;7>
		59° <17;17;5>
		59° <17;13;10>
		60° <17;14;14>

Реконструированная зеренная структура аустенита в той же самой области представлена на Рис. 12.8б. Как очевидно из рисунка, четкая зеренная структура отсутствует, и, таким образом, процедура реконструкции была не вполне удачной. Данный результат был, скорее всего, связан с очень большим разнообразием разориентаций между вариантами мартенсита, охватывающими собой значительную часть спектра разориентировок (Таблица 12.1). В этой связи, чисто по статистической причине, разориентировки на многих границах аустенитных зерен могли быть близки к разориентациям между мартенситными

вариантами. Как следствие, эти границы были ошибочно удалены с реконструируемых EBSD-карт, и, в результате, зеренная структура на Рис. 12.8б получилась очень нечеткой. Таким образом, использованный метод реконструкции зеренной структуры высокотемпературной фазы представляется не очень эффективным в случае сталей.



**Рисунок 12.8.** EBSD карта, иллюстрирующая зеренную структуру мартенсита (а) и реконструированную зеренную структуру аустенита (б) в зонах 2 и 3. Подробности приведены в разделе 12.4.

Тем не менее, несмотря на недостатки метода реконструкции, на Рис. 12.8б видно, что размер аустенитных зерен в зоне 3 меньше, чем в зоне 2. С учетом эволюции микроструктуры в ходе ОТП аустенитной стали, рассмотренной в главе 7, данный результат представляется вполне ожидаемым. Таким образом, измельчение мартенсита в зоне 3



действительно может быть связано с уменьшением размера зерен аустенита.

### 12.5. Изменение химического состава материала в ходе ОТП

Как следует из практического опыта, в ходе ОТП сталей нередко имеет место износ сварочного инструмента. Данный эффект также может оказывать влияние на микроструктуру обработанного материала. С целью проверки этой гипотезы, материал в зонах 2 и 3 был исследован посредством методики EPMA (electron probe micro-analysis). Поскольку в ходе ОТП использовался керамический сварочный инструмент, изготовленный из  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , материал был проверен на содержание кремния и азота; чтобы учесть возможное окисление в ходе обработки, было также проанализировано содержание кислорода. Полученные EPMA-карты представлены на Рис.12.9.

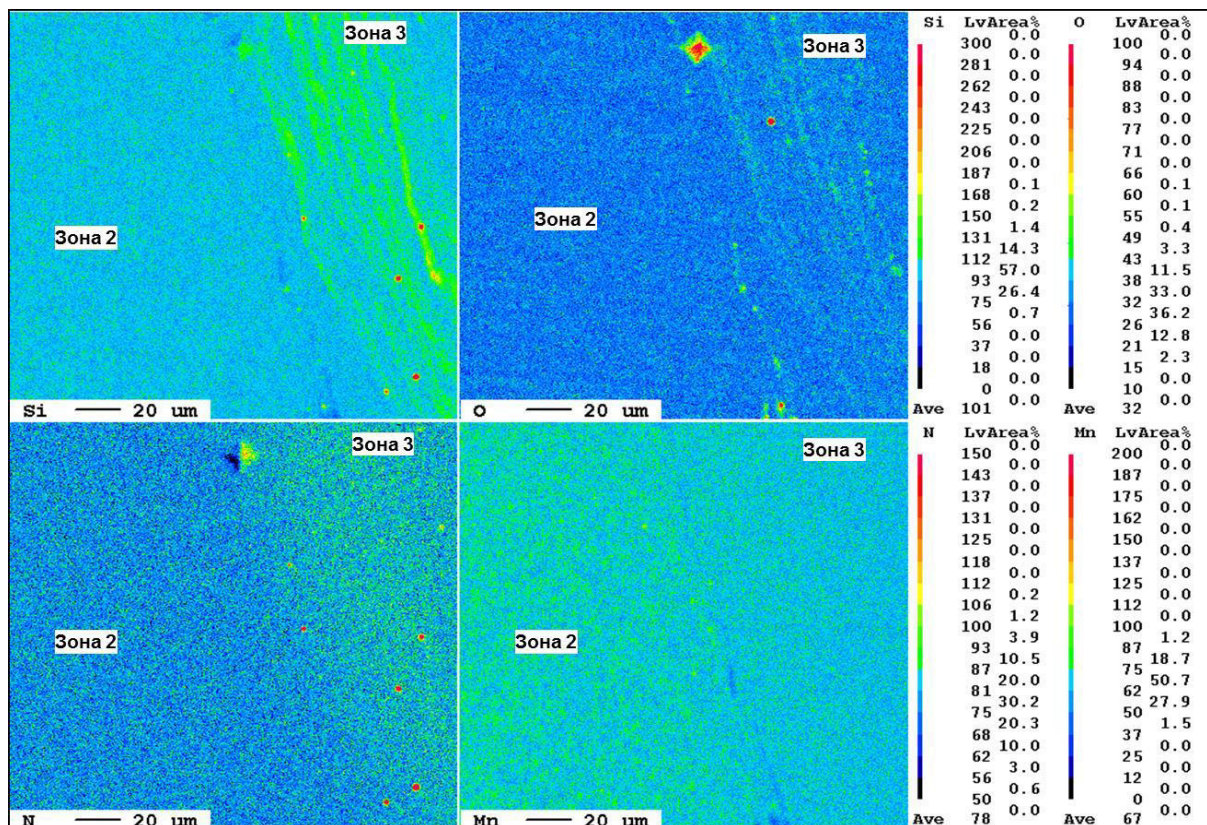


Рисунок 12.9. EPMA-карты, иллюстрирующие распределение кремния, кислорода, азота и марганца в зонах 2 и 3. Подробности приведены в разделе 12.5.

Как и ожидалось, материал в зоне 3 характеризовался повышенным содержанием кремния, азота и кислорода. Данный факт подтверждает наличие износа инструмента и довольно интенсивное окисление в ходе обработки. Важно отметить, что избыточный кремний и кислород формировали специфическую полосовую структуру, известную в международной литературе как «onion rings» [2]. Как отмечалось в разделе 1.3.1, считается, что образование подобной структуры связано с финальным этапом пластического течения при ОТП, когда слои металла, "срезанные" в результате одного полного поворота инструмента на 360°, спрессовываются друг с другом, образуя сварной шов [39]. Таким образом, наличие этой структуры в зоне 3 дополнительно свидетельствует о том, что этот микроструктурный регион представлял собой зону перемешивания.

Известно, что легирование аустенита азотом сокращает энергию дефекта упаковки, уменьшая, таким образом, подвижность дислокаций и, соответственно, способствуя повышению их плотности. С другой стороны, избыточный кислород может выделяться в виде оксидов, которые также должны тормозить скольжение дислокаций и миграцию границ зерен. В целом, предполагается, что выявленное механическое легирование в ходе ОТП должно привести к повышению дефектности микроструктуры аустенита и, таким образом, также способствовать измельчению мартенсита при последующем фазовом превращении [210].

## **12.6. Выводы по главе**

В данной главе было исследовано формирование микроструктуры и текстуры в ходе ОТП феррито-мартенистной стали DP 590. На основе полученных результатов были сформулированы следующие выводы.

1) Специфическая морфология микроструктуры, сформировавшейся в ОТП зоне, свидетельствовала о том, что температура обработки превысила линию  $A_3$  на фазовой диаграмме, и пластическое течение

имело место в аустенитной фазовой области. В ходе охлаждения материала после ОТП аустенит трансформировался в мартенсит.

2) Показано, что, вследствие наличия значительного ориентационного градиента в мартенситной фазе, рассмотрение мартенситного превращения в рамках соотношения только Курдюмова-Закса или только Нишиямы-Вассермана является не вполне корректным. Более целесообразным представляется использование смешанной модели, в соответствии с которой эти два ориентационных соотношения были задействованы одновременно.

3) Реконструкция текстуры высокотемпературной фазы показала, что в ходе ОТП в аустенитной фазовой области имело место формирование текстуры простого сдвига типа  $A/\bar{A}\{111\}\langle 110 \rangle$ . В ходе последующего фазового превращения мартенсит «унаследовал» эту текстуру.

4) ЕРМА-анализ выявил повышенное содержание кремния, азота и кислорода в зоне перемешивания. Данный факт был интерпретирован как свидетельство износа сварочного инструмента, а также интенсивного окисления, имевших место в ходе сварки.

5) Показано, что формирование мелкозернистого мартенсита в зоне перемешивания может быть обусловлено как измельчением микроструктуры аустенита, 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

Как отмечалось в главе 1, одной из наиболее существенных проблем в сфере ОТП является аномальный рост зерен. Данный эффект может проявляться при термической обработке обработанных материалов и обычно ведет к существенной деградации свойств. Для предотвращения этого нежелательного явления необходимо иметь ясные представления о его механизмах. На момент постановки задачи данного исследования подобные представления отсутствовали. В этой связи в диссертационную работу было включено также исследование и этой проблемы. Используемые материалы и параметры ОТП приведены в Таблице 13.1.

**Таблица 13.1.** Номенклатура сплавов и параметры ОТП, использованные для изучения аномального роста зерен

Материал	Параметры ОТП		Публикация
	N, оборотов/мин	V, мм/мин	
<i>Алюминиевые сплавы</i>			
AA 1050	2000	600	[140]
AA 5052		600	[212]
<i>Магниевые сплавы</i>			
ZK60	600	100	[212]

Анализ научной литературы показал, что аномальный рост зерен в материалах, подвергнутых ОТП, часто начинается в верхней части деформационной зоны [212-217]. Как было показано в главе 3, данная область характеризуется очень специфическим характером пластического течения во время ОТП. Поверхностный слой материала исходной заготовки захватывается вращающимися плечиками и осаждается на поверхности зоны перемешивания. В ходе осаждения верхняя часть этой зоны подвергается дополнительной (вторичной) деформации, в ходе которой может иметь место существенное изменение текстуры и микроструктуры. Исходя из этого было предположено, что специфическая

микроструктура, формирующаяся в этой области, и является основной причиной последующего аномального роста зерен.

Данная глава диссертационной работы посвящена анализу этой идеи. С этой целью были исследованы микроструктуры, сформировавшиеся в различных областях зоны обработки, изучено их поведение в ходе отжига, а затем экспериментальные данные были проанализированы в рамках так называемой «ячеистой модели» профессора Хамфри [218, 219]. В качестве материала исследования был использован алюминиевый сплав АА 5052 (Таблица 2.1). Подробности эксперимента приведены в работе [211].

### 13.1. Теоретические основы аномального роста зерен

В соответствии с современными представлениями, аномальный рост зерен представляет собой довольно сложный процесс, природа которого до сих пор до конца не ясна. Считается, однако, что в материалах с относительно высокой ЭДУ (включая алюминиевые сплавы), это явление удовлетворительно описывается в рамках «ячеистой модели» профессора Хамфри [218, 219]. Согласно этой теории условие неустойчивости структуры можно формализовать как:

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

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

В соответствии с этой моделью, термостабильность однофазных материалов определяется однородностью распределения зерен по размерам и долей БУГ [218]. В частности, аномальный рост зерен считается очень маловероятным при высокой удельной доле БУГ.

Если материал содержит дисперсные частицы вторичных фаз (как в случае рассматриваемого сплава АА 5052), то их тормозящий эффект можно выразить посредством так называемого параметра  $Z$  [219]:

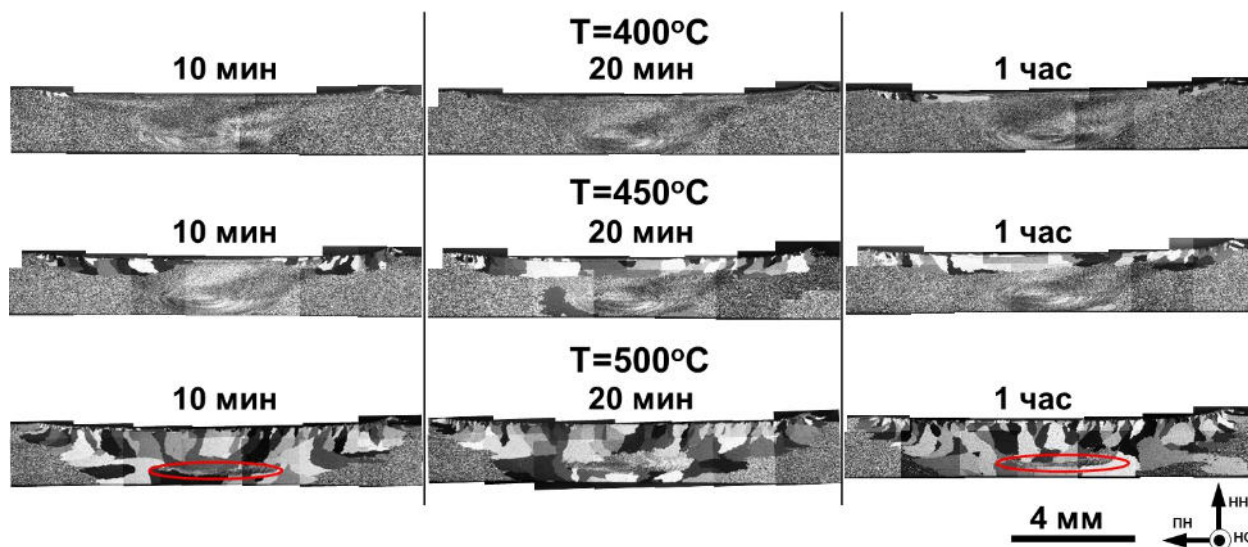
$$Z = \frac{3F_v D}{d} \quad (6)$$

где  $F_v$  – объемная доля частиц, а  $d$  – средний размер частиц. В зависимости от величины этого параметра, микроструктура может быть стабильной или испытывать нормальный/аномальный рост зерен.

Таким образом, ключевыми параметрами, определяющими характер роста зерен, являются доля БУГ, средний размер зерен, удельная доля частиц и их средняя величина.

### 13.2. Предварительный анализ аномального роста зерен в ОТП зоне

Влияние температуры и времени отжига на эволюцию микроструктуры в зоне обработки представлено на Рис. 13.1; во всех случаях сторона RS расположена слева, а сторона AS – справа.



**Рисунок 13.1.** Влияние температуры и времени отжига на рост зерен вальюминиевом сплаве АА 5052, подвергнутом ОТП. Примечание: на всех снимках сторона RS расположена слева, а AS – справа. Подробности приведены в разделе 13.2.

Как и ожидалось, аномальный рост зерен начался в приповерхностной области зоны обработки. Образование самых первых аномально крупных зерен имело место на периферийных участках этой области – сторонах RS

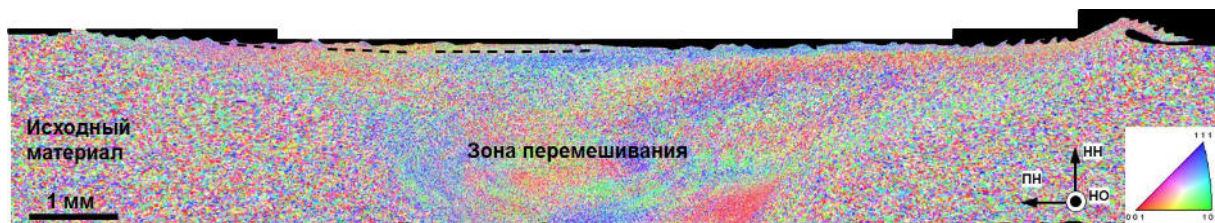
и AS. При температурах отжига 450°C и 500°C появление аномальных зерен было также зафиксировано в нижней части зоны перемешивания.

Важно подчеркнуть, что в остальных частях зоны обработки структура была относительно стабильной, и в ней не было отмечено ни нормального, ни аномального роста зерен. В результате, аномальные зерна, зародившиеся в верхней и в нижней частях зоны перемешивания, «прорастали» вглубь, постепенно поглощая её. С другой стороны, материал в нижней части зоны перемешивания (выделенная область на Рис. 13.1) продемонстрировал наивысшую термостабильность, и мелкозернистая структура в этой области сохранилась во всем исследованном диапазоне температуры и времени отжига.

Данный эксперимент показал, что термостабильность микроструктур, сформировавшихся в различных частях зоны обработки, может существенно отличаться. Таким образом, для выявления причин аномального роста зерен необходимо проанализировать макроскопическую однородность структуры.

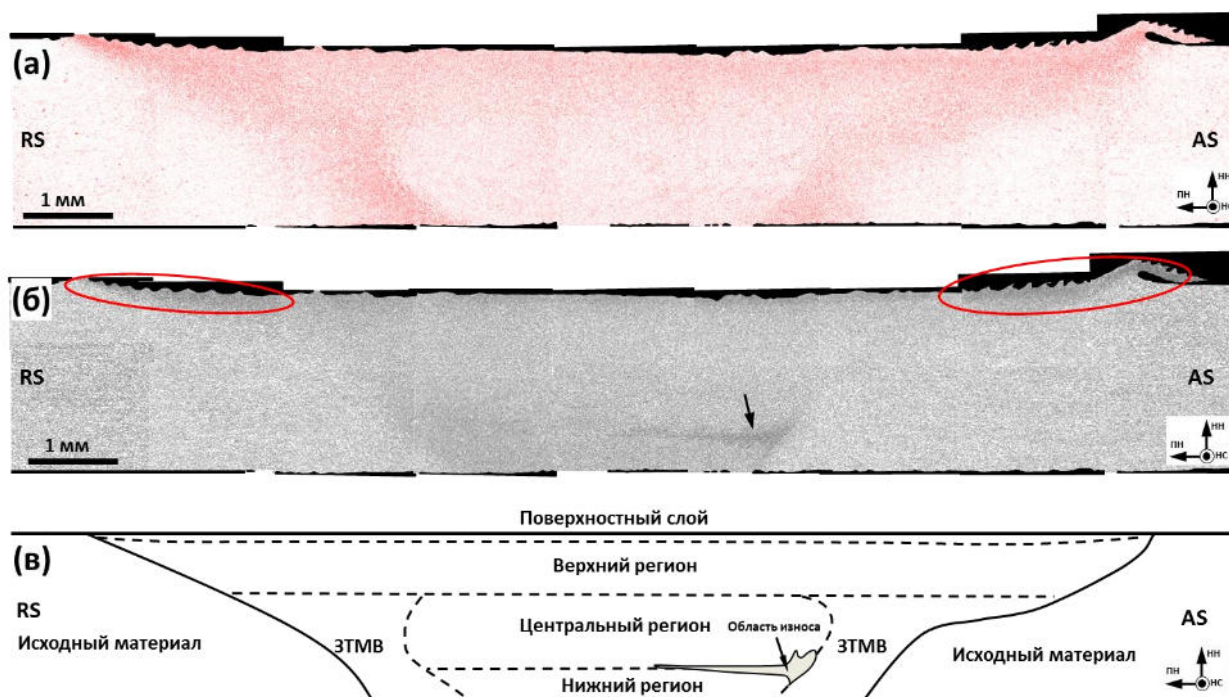
### **13.3. Неоднородность зеренной структуры в зоне обработки**

Как отмечалось в главе 1, специфической особенностью ОТП процесса является большой градиент деформаций и температур внутри зоны обработки. Более того, как следует из результатов, приведенных в главе 3, характер пластического течения может также существенно варьироваться внутри зоны перемешивания. Как следствие, материалам, подвергнутым ОТП, должна быть присуща значительная неоднородность микроструктуры. Для её детальной характеристики в исследуемом случае была получена большая EBSD карта, охватывающая все поперечное сечение зоны обработки, как показано на Рис. 13.2



**Рисунок 13.2.** Панорамная EBSD карта, охватывающее все поперечное сечение зоны обработки. Варьирование цвета на карте соответствует изменению кристаллографической ориентировки кристаллитов относительно направления сварки; цветовой код ориентировок приведен в правом нижнем углу рисунка.

Распределение микроструктуры внутри зоны обработки на Рис. 13.2 оказалось довольно сложным. Поэтому, для упрощения микроструктурной картины, на Рис. 13.3а и 13.3б приведены только мало- и большеугловые границы (обозначены красными и черными линиями, соответственно). Исходя из варьирования доли БУГ и среднего размера зерен, внутри сварного шва было выделено несколько микроструктурных регионов, как показано на Рис. 13.3в и в Таблицах 13.2 и 13.3.



**Рисунок 13.3.** Панорамные EBSD карты, иллюстрирующие пространственное распределение МУГ (а) и БУГ (б) внутри зоны обработки, а также схема, иллюстрирующая характерные микроструктурные регионы (в). На рисунке (в) ЗТМВ соответствует зоне термомеханического влияния.

В зоне термомеханического влияния (ЗТМВ) размер зерен не изменился существенно по сравнению с исходным материалом (Таблица 13.2), однако доля МУГ существенно возросла (Таблица 13.3, Рис. 13.3а). Напротив, центральная часть зоны перемешивания характеризовалась относительно малым размером зерен (Таблица 13.2), но высоким содержанием БУГ (Таблица 13.3). Данные особенности микроструктуры зоны обработки хорошо описаны в литературе [2] и обычно объясняются различиями в температуре и величине накопленной деформации. В частности, считается, что температура и деформация в зоне термомеханического воздействия являются относительно небольшими, и поэтому МУГ не успевают трансформироваться в БУГ. С другой стороны, в центре зоны перемешивания термомеханические условия полагаются достаточными для полного завершения процесса рекристаллизации.

**Таблица 13.2.** Варьирование среднего размера зерен внутри зоны обработки

Микроструктурный регион	Средний размер зерен, мкм				
	ЗТМВ RS	Зона перемешивания			ЗТМВ AS
		RS	Центр	AS	
Исходный материал		14.2			
Поверхностный слой		7.0	8.2	6.7	
Верхний регион		12.3	11.8	11.0	
Центральный регион	12.8	9.9	10.5	10.4	13.4
Нижний регион		8.8	9.4	9.2	
Область износа		7.0			

**Таблица 13.3.** Варьирование доли БУГ внутри зоны обработки

Микроструктурный регион	Доля БУГ, %				
	ЗТМВ RS	Зона перемешивания			ЗТМВ AS
		RS	Центр	AS	
Исходный материал		84			
Поверхностный слой		62	66	70	
Верхний регион		52	60	55	
Центральный регион	48	77	77	74	56
Нижний регион		77	76	74	
Область износа		78			

В контексте результатов, представленных в главе 3, особый интерес вызывает поверхностный слой мелкозернистой микроструктуры (Рис. 13.3в). Этот микроструктурный регион является наиболее ярко выраженным на



периферии сварного шва, где он представлен специфическим волнообразным рельефом (выделено на Рис. 13.3б). Как продемонстрировано в главе 3, образование этого рельефа обусловлено осаждением материала, захваченного плечиками. В ходе этого процесса поверхностный слой материала испытывает наибольшую деформацию при наивысшей температуре по сравнению с другими областями зоны обработки. Как следует из результатов, представленных в Таблице 13.2, эти экстремальные условия деформации способствуют формированию наиболее мелкозернистой микроструктуры.

Как отмечалось в главе 3, в ходе осаждения поверхностного слоя, верхняя часть зоны перемешивания испытывает дополнительную (вторичную) деформацию. Исходя из Рис. 13.3а и Таблицы 13.3, это способствует дополнительному формированию малоугловых границ и, таким образом, уменьшает долю БУГ в этой микроструктурной области.

Нижний регион зоны перемешивания (Рис. 13.3в) выделяется относительно небольшим размером зерен (Таблица 13.2). Причина этого не вполне ясна. Одним из возможных объяснений может служить относительно высокая скорость охлаждения в этой области, обусловленная быстрым теплоотводом в холодную подложку. В результате *метадинамическая* рекристаллизация и рост зерен в этом регионе (как отмечалось в главе 9) должны быть в значительной мере подавлены.

Характерной особенностью исследуемой зоны обработки являлась мелкозернистая область на границе раздела между центральным и нижним регионами зоны перемешивания (отмечена стрелкой на Рис. 13.3б). Как будет показано ниже, измельчение микроструктуры в данном случае было связано с механическим износом сварочного инструмента в ходе ОТП.

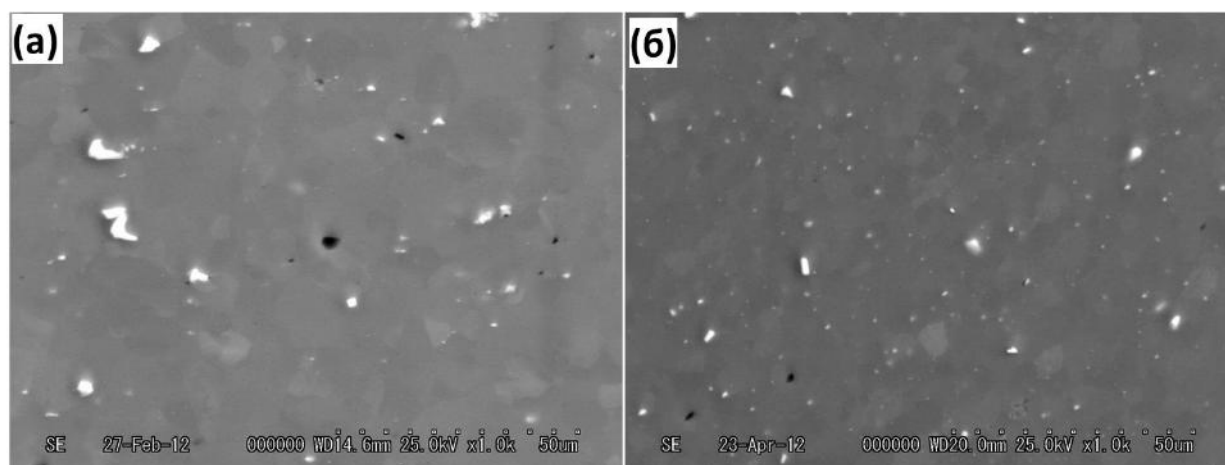
Таким образом, исследованная зона обработки характеризовалась значительной макроскопической неоднородностью микроструктуры.

Данный эффект был связан как с наличием существенных градиентов деформации и температуры, так и со специфическим характером пластического течения. Исходя из этого можно предположить, что эта микроструктурная неоднородность является характерной чертой ОТП.

#### 13.4. Распределение частиц вторичных фаз в зоне перемешивания

Как отмечалось в разделе 13.1, характер роста зерен в значительной мере зависит от частиц вторичных фаз. В данном разделе проанализована их объемная доля и размеры в различных областях зоны перемешивания.

Типичные частицы, выявленные в исследованном материале, приведены на Рис. 13.4а.



**Рисунок 13.4.** Частицы вторичных фаз, выявленные в зоне обработки: типичная картина (а), мелкозернистая область в нижней части шва (б) (выделена эллипсом на Рис. 13.1).

Как видно на рисунке, частицы имели примерно равноосную форму и были произвольно распределены в микроструктуре. Энергодисперсионный (EDX) анализ показал, что светлые и темные частицы на Рис. 13.4а представляли собой интерметаллиды на основе железа и кремния, соответственно. Средний размер частиц составлял примерно 1,7 мкм в исходном материале и около 1,2 мкм в зоне перемешивания. Варьирование объемной доли частиц внутри сварного шва представлено в Таблице 13.4. Учитывая существенную экспериментальную погрешность измерений, из данной таблицы можно заключить, что частицы были

распределены более-менее равномерно, и их среднее содержание составляло около 4%.

**Таблица 13.4.** Варьирование объемной доли (в %) частиц вторичных фаз в зоне обработки

	RS	Центр	AS
Исходный материал		5.6±1.3	
Поверхностный слой	4.4±1.3	4.0±1.2	3.6±1.1
Верхний регион	3.6±1.1	3.4±1.0	3.9±1.1
Центральный регион	3.5±1.1	4.1±1.1	3.8±1.1
Нижний регион	4.3±1.2	3.9±1.1	3.8±1.1
Область износа		5.7±1.3	

Важно отметить, что нижняя часть зоны обработки (выделена на Рис. 13.1) характеризовалась повышенным содержанием очень мелких (~0,6 мкм) дисперсоидов на основе железа. Их происхождение не вполне понятно, и одним из возможных объяснений может служить износ сварочного инструмента в ходе ОТП. Впрочем, вне зависимости от их природы, эти частицы должны дополнительно тормозить рост зерен и, таким образом, способствовать сохранению мелкозернистой микроструктуры в данной области (Рис. 13.3б, Таблица 13.2).

### **13.5. Анализ термостабильности**

На основе измеренных ключевых характеристик микроструктуры была вычислена величина параметра  $Z$  для различных микроструктурных областей. Полученные результаты представлены в Таблице 13.5. Исходя из этих данных, а также учитывая содержание БУГ (Таблица 13.3), в соответствии с ячеистой моделью Хамфри, может быть предсказано поведение микроструктуры в ходе отжига.

В исходном материале, поверхностном слое, центральном и нижнем регионах зоны перемешивания, а также в области износа доля БУГ составляла от 60% до 85% (Таблица 13.3). Более того, средняя разориентировка МУГ в этих областях составляла ~6°-8°. В этой связи, сформировавшийся зернограничный ансамбль можно с некоторым

приближением рассматривать как идеальный, в котором свойства всех границ являются примерно одинаковыми [220]. В этом случае аномальный рост зерен прогнозируется в интервале значений  $0,25 < Z < 1$ , в то время как при  $Z > 1$  структура должна быть полностью стабильной [219]. Таким образом, как следует из Таблицы 13.5, в исходном материале, центральной области и зоне износа следует ожидать термической стабильности микроструктуры, причем в последней области эта стабильность должна быть наивысшей.

**Таблица 13.5.** Варьирование параметра  $Z$  в различных частях зоны обработки

	Параметр $Z$				
	Зона термомеханического влияния, сторона RS	Зона перемешивания		Зона термомеханического влияния, сторона AS	
		RS	Центр	AS	
Исходный материал	1.4				
Поверхностный слой		0.7	0.8	0.7	
Верхний регион		1.2	1.2	1.1	
Центральный регион	1.3	1.0	1.1	1.0	1.3
Нижний регион		0.9	0.9	0.9	
Область износа	2.0				

**Примечание:** Области, для которых предсказан аномальный рост зерен, выделены серым цветом

С другой стороны, в поверхностном слое и нижней области должен иметь место аномальный рост зерен. Более того, значение параметра  $Z$  в нижней части зоны перемешивания выше, чем в приповерхностной области и, следовательно, число зародышей аномального роста там должно быть меньше. Все эти прогнозы находятся в хорошем соответствии с экспериментальными данными (Рис. 13.1).

Зона термомеханического влияния и верхняя область деформационной зоны характеризовались относительно большим содержанием МУГ (Рис. 13.3а, Таблица 13.3), и, таким образом, зернограничные ансамбли в этих областях нельзя квалифицировать как идеальные. В соответствии с моделью Хамфри считается, что поведение подобных материалов при отжиге определяется средней разориентировкой МУГ [219]. В любом случае, однако, ожидается, что при

$Z > 1$  зеренная структура будет стабильной [219]. Таким образом, стабильность микроструктуры в зоне термомеханического влияния и верхней области зоны обработки, установленная экспериментально (Рис. 13.1), также хорошо соответствует ячеистой модели Хамфри (Таблица 13.5).

Таким образом, аномальный рост зерен в зоне обработки был обусловлен формированием мелкозернистой микроструктуры в приповерхностном слое и в нижней части зоны перемешивания. Вследствие большой протяженности границ в этих областях, тормозящий эффект частиц вторичных фаз был недостаточным для стабилизации микроструктуры, и это привело к аномальному росту зерен.

### **13.6. Выводы по главе**

В данной главе был исследован аномальный рост зерен в ходе отжига алюминиевого сплава АА1050, подвергнутого ОТП. На основе полученных результатов был сформулирован следующий вывод.

Аномальный рост зерен тесно связан с макроскопической неоднородностью структуры внутри зоны обработки. Специфический характер пластического течения в ходе ОТП, а также неоднородность поля температур внутри деформационной зоны ведут к формированию мелкозернистых областей в приповерхностном слое и нижней части зоны перемешивания. Вследствие большой протяженности границ в этих областях, тормозящий эффект частиц вторичных фаз недостаточен для стабилизации микроструктуры, что ведет к быстрому росту зерен. С другой стороны, относительно крупнозернистая зеренная структура в остальной части зоны перемешивания обеспечивает её повышенную термическую стабильность, подавляя, таким образом, собственный рост зерен в этих областях. В результате, аномальные зерна, образовавшиеся в верхней и нижней частях зоны перемешивания, неконтролируемо растут, поглощая всю зону обработки.

## ГЛАВА 14

### ТЕКСТУРА, ФОРМИРУЕМАЯ В ХОДЕ АНОМАЛЬНОГО РОСТА ЗЕРЕН

Кристаллографический анализ представляет собой мощный инструмент для фундаментального анализа процессов, происходящих в материалах. В этой связи, для углубления представлений об аномальном росте зерен в материалах, подвергнутых ОТП, в данном разделе рассмотрена текстура, образующаяся при данном явлении.

В качестве материала исследования был использован алюминиевый сплав AA 1050 (Таблица 2.1). Подробности эксперимента приведены в работе [140].

#### **14.1. EBSD-анализ аномального роста зерен**

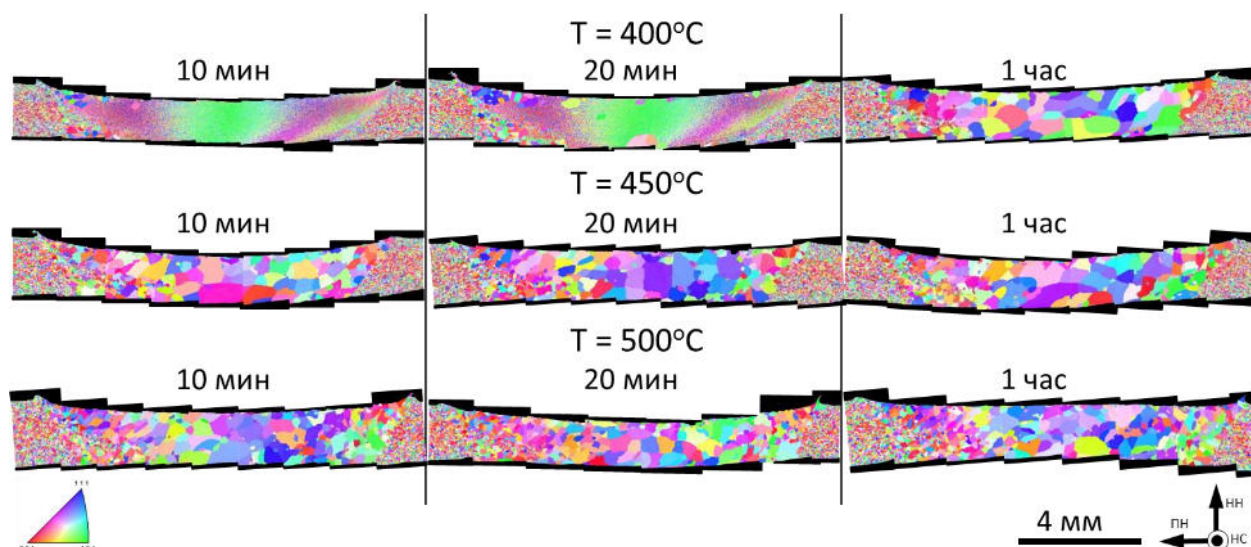
Текстура, сформировавшаяся в ходе ОТП исследуемого материала, рассмотрена в разделе 4.2 (Рис. 4.3). Как было показано, в ней преобладали компоненты  $B/\bar{B}$   $\{112\}<110>$  идеальной текстуры простого сдвига.

Для анализа текстуры, образующейся в ходе аномального роста зерен, было решено использовать метод EBSD. Панорамные EBSD-карты, иллюстрирующие эволюцию зеренной структуры в зоне обработки в ходе последующего отжига, приведены на Рис. 14.1. На этих картах индивидуальные зерна окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления обработки; цветовой код ориентировок дан в левом нижнем углу рисунка. Во всех случаях сторона RS находится слева, а сторона AS – справа.

Как следует из рисунка, в материале, отожженном при температуре 400°C в течение 10 и 20 минут, имел место аномальный рост зерен. Как и в случае, рассмотренным в предыдущей главе, данный процесс начинался на периферии зоны перемешивания (верхняя и нижняя поверхности шва) и наиболее интенсивно развивался на стороне RS. Важно отметить, что



кристаллографическая ориентировка anomalно крупных зерен, как правило, существенно отличалась от текстуры окружающей матрицы.

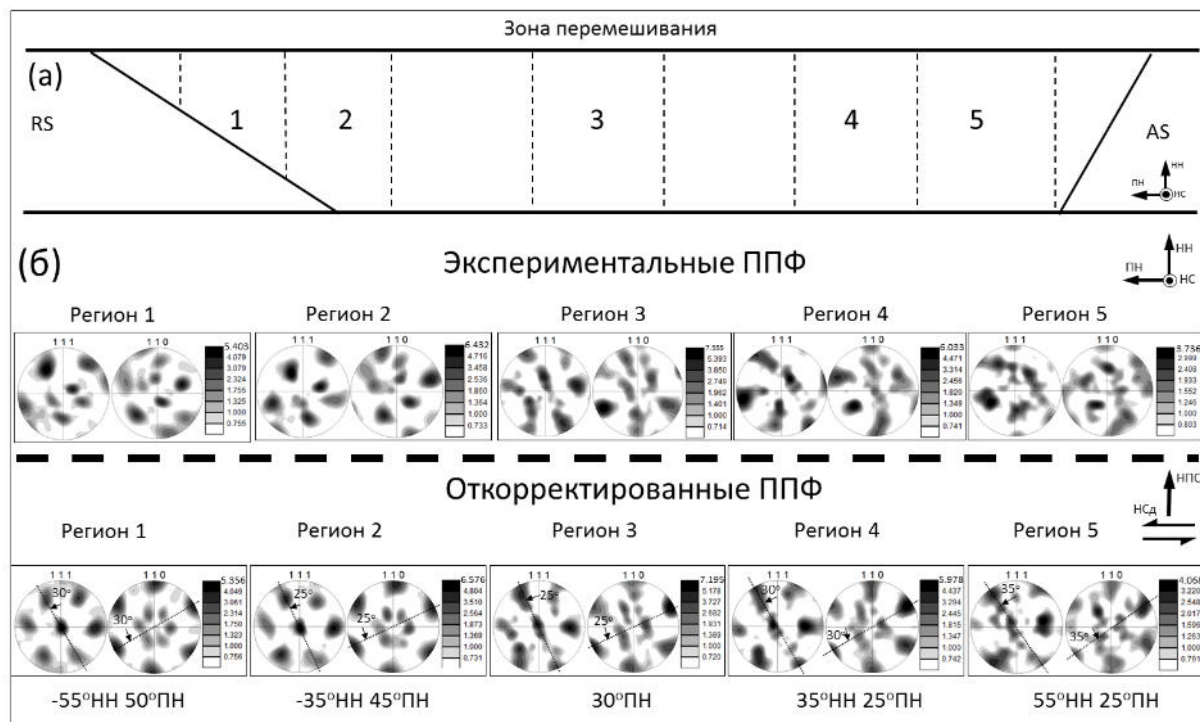


**Рисунок 14.1.** Влияние температуры и времени отжига на микроструктуру алюминиевого сплава AA1050, подвергнутого ОТП. Примечание: во всех случаях сторона RS находится слева, а сторона AS – справа.

В материале, отожженном в течение часа при 400°C, а также при температурах 450°C и 500°C, зона перемешивания была практически полностью поглощена anomalно крупными зернами. В данной работе подобные образцы были обозначены как полностью отожженные. Впрочем, даже и в этих образцах выявлялись отдельные мелкие зерна, наличие которых свидетельствовало об anomalном характере роста зерен.

### **14.2. Текстурный анализ**

Как следует из Рис. 14.1, anomalные зерна характеризовались относительно большими размерами, и, таким образом, их количество на поперечном сечении зоны обработки было очень ограничено. Предварительный анализ показал, что текстуры, образованные anomalными зернами в различных полностью отожженных образцах, были довольно схожими. В этой связи, для улучшения статистической представительности результатов, EBSD данные всех этих образцов были объединены в единый массив.



**Рисунок 14.2.** Схема поперечного сечения зоны обработки (а), и интегральные ППФ  $\{111\}$  и  $\{110\}$ , иллюстрирующие текстуру в различных участках зоны перемешивания (б). Примечание: HNS и HSD соответствуют нормали к плоскости сдвига и направлению сдвига. Подробности приведены в разделе 14.2

Для более наглядного сравнения с текстурой исходного состояния (Рис. 4.3), из этого массива были выбраны данные, соответствующие 5 различным участкам зоны перемешивания, как указано на Рис. 14.2а. Полученные интегральные ППФ приведены на Рис. 14.2б; для корректного сопоставления с исходной текстурой экспериментальные полюсные фигуры были развернуты на те же углы, что и на Рис. 4.3б.

Как следует из откорректированных ППФ на Рис. 14.2б, кристаллографическая ориентировка anomalously крупных зерен была не произвольной. Имело место образование текстуры, причем максимальная интенсивность текстурных пиков превышала уровень фона от 4 до 7 раз. Более того, сформировавшаяся текстура была близка к исходным ориентировкам  $B/\bar{B}$   $\{112\}\langle 110\rangle$ , но только развернутым на  $25^\circ$ - $35^\circ$  относительно центрального полюса ППФ, как показано на Рис. 14.2б.

Как отмечалось выше, в настоящее время anomalously рост зерен является относительно слабоизученным явлением, и, по сведениям

автора, теории, описывающей формирование текстуры в ходе этого процесса, пока нет. В этой связи, для анализа данных была использована одна из моделей, объясняющая происхождение текстуры *рекристаллизации*.

Как известно, границы с разориентировкой близкой к  $30^\circ\text{-}40^\circ\langle 111 \rangle$  в ГЦК металлах характеризуются относительно высокой подвижностью [220]. Это может давать преимущество в росте некоторым рекристаллизационным зародышам и, в результате, вести к формированию специфической текстуры рекристаллизации, развернутой на  $30\text{-}40^\circ$  вокруг оси  $\langle 111 \rangle$  относительно текстуры деформации [220]. Данный эффект именуется *ориентированным ростом* зародышей [220]. Как видно из откорректированных ППФ на Рис. 15б и Рис. 14.2б, один из максимумов сформировавшихся текстур находится в центре полюсной фигуры  $\{111\}$ . Таким образом, текстуру аномального роста зерен можно интерпретировать как текстуру простого сдвига  $B/\bar{B}$ , развернутую на  $25^\circ\text{-}35^\circ$  относительно  $\langle 111 \rangle$ . Иными словами, она могла быть образована посредством преимущественного роста зерен, разориентированных на  $25^\circ\text{-}35^\circ\langle 111 \rangle$  относительно своих соседей.

### 14.3. Выводы по главе

В данной главе была исследована текстура, формирующаяся в ходе аномального роста зерен в алюминиевом сплаве AA1050, подвергнутом ОТП. На основе полученных результатов был сформулирован следующий вывод.

Кристаллографическая ориентация аномально крупных зерен не является произвольной. Установлено, что аномальный рост зерен ведет к развороту исходной текстуры простого сдвига на  $25^\circ\text{-}35^\circ$  относительно кристаллографической оси  $\langle 111 \rangle$ . Данный эффект может быть связан с повышенной мобильностью  $30^\circ\text{-}40^\circ\langle 111 \rangle$  границ в ГЦК решетке, обеспечивающей преимущество в росте окаймляемым ими зернам.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В данной диссертационной работе исследовалось формирование микроструктуры и кристаллографической текстуры при обработке металлических материалов трением с перемешиванием (ОТП). На основе работы были сформулированы следующие выводы.

1) Текстура, образующаяся в ходе ОТП, как правило близка к идеальной текстуре простого сдвига. В отдельных случаях, однако, отмечено также 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  $D_2(11\bar{2})[111]$ ; этот факт 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 базисная аксиальная текстура типа  $\{0001\}\langle uvw\rangle$ , обусловленная базисным скольжением. В  $\alpha$  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 вспомогательных механизмов можно также отметить механическое двойникование, образование двойников отжига и конвергенцию 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 «языков». В ходе этого процесса они наследуют кристаллографическую ориентировку приграничных районов деформированной матрицы. При промежуточной величине ЭДУ отмечен переход от фрагментации к прерывистой рекристаллизации при повышении температуры обработки. При ОТП гексагональных металлов, в частности магниевых сплавов, формирование зеренной структуры тесно связано с эволюцией кристаллографической текстуры. Образование очень острой текстуры в зоне перемешивания ведет к частичной ковергенции кристаллографических ориентировок соседних зерен, способствуя, таким образом, уменьшению доли БУГ и некоторому увеличению размера зерен.

3) Фазовое превращение  $\beta \rightarrow \alpha$ , имеющее место в ходе ОТП титанового сплава Ti-6Al-4V, в целом подчиняется ориентационному соотношению Бюргера  $\{110\}_\beta // \{0001\}_\alpha$ ,  $\langle 111 \rangle_\beta // \langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$ . Однако наличие развитой субструктуры в высокотемпературной  $\beta$  фазе ведет к небольшим, но систематическим отклонениям от этого соотношения. Показано, что низкотемпературная  $\alpha$  фаза наследует деформационную кристаллографическую текстуру простого сдвига, сформировавшуюся в высокотемпературной  $\beta$  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, обусловлен макроскопической неоднородностью структуры внутри зоны обработки. Кристаллографическая ориентация аномально крупных зерен, образующихся в ходе обработки, не является произвольной. Показано, что аномальный рост зерен в технически чистом алюминии, подвергнутом ОТП, может вести к развороту исходной текстуры простого сдвига на  $25-35^\circ$  относительно кристаллографической оси  $\langle 111 \rangle$  и соответствующему формированию текстуры рекристаллизации. Данный эффект может быть связан с повышенной мобильностью  $30-40^\circ \langle 111 \rangle$  границ в ГЦК решетке, обеспечивающим преимущество в росте отдельным зернам.



## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] Thomas W.N. Friction stir butt welding, Int. Patent No. PCT/GB92/02203 (1991).
- [2] Mishra R.S. Friction stir welding and processing / R.S. Mishra, Z.Y. Ma // Mater. Sci. Eng. R. - 2005. - V. 50. - P. 1-78.
- [3] Nandan R. Recent advances in friction-stir welding – process, weldment structure and properties / R. Nandan, T. DebRoy, H.K.D.H. Bhadeshia // Progress in Materials Science. - 2008. - V. 53. - P. 980-1023.
- [4] Shtrikman M.M. Current state and development of friction stir welding Part 3. Industrial application of friction stir welding / M. Shtrikman // Welding International. - 2008. - V. 22. - P. 806-815.
- [5] Arbogast W.J., Hartley P.J. Friction Stir Weld Technology Development at Lockheed. Martin Michoud Space Systems- An Overview // Proceedings of the Fifth International Conference on Trends in Welding Research; Pine Mountain, GA; Unated States, 1 June 1998 though 5 June; 1998; P. 541.
- [6] Mahoney M.W. Properties of friction stir-welded 7075 T651 aluminum / M. W Mahoney, C.G. Rhodes, J.G. Flintoff, R.A. Spurling, W.H. Bingel// Metall. Mater. Trans. A. - 1998. - V. 29. - P. 1955-1964.
- [7] Tang W. Heat input and temperature distribution in friction stir welding / W. Tang, X. Guo, J.C. McClure, L.E. Murr // J. Mater. Process. Manufact. Sci. - 1998. - V. 7. - P. 163-172.
- [8] Kwon Y.J. Friction stir process as a new manufacturing technique of ultrafine-grained aluminum alloy / Y.J. Kwon, N. Saito N., I. Shigematsu // J. Mater. Sci. Lett. - 2002. - V. 21. - P. 1473-1476.
- [9] Sato Y.S. Parameters controlling microstructure and hardness during friction stir welding of precipitation-hardenable aluminium alloy 6063 / Y.S. Sato, M. Urata, H. Kokawa //Metall. Mater. Trans. A. - 2002. - V. 33. - P. 625-635.
- [10] Hashimoto T., Jyogan S., Nakata K., Kim Y.G., Ushio M. FSW joints of high strength alunimum alloy // Proceedings of the First International Symposium on

Friction Stir Welding; Thousand Oaks, CA, United States, 14 June 1998 through 16; 1999.

[11] Li Y. Flow visualization and residual microstructures associated with the friction-stir welding of 2024 aluminum to 6061 aluminum / Y. Li, L.E. Murr, J.C. McClure // Mater. Sci. Eng. A. - 1999. - V. 271. - P. 213–223.

[12] Lee W.-B. The joint properties of dissimilar formed Al alloys by friction stir welding according to the fixed location of materials / W.-B. Lee, Y.-M. Yeon, S.-B. Jung // Scripta Mater. - 2003. - V. 49. - P. 423-428.

[13] Murr L.E. Microstructures in friction-stir welded metals / L.E. Murr, Y. Li, E.A. Trillo, R.D. Flores, J.C. McClure // J. Mater. Process. Manufactur. Sci. - 1998. - V. 7. - P. 145-161.

[14] Li Y. Solid-state flow visualization in the friction stir welding of 2024 Al to 6061 Al / Y. Li, L.E. Murr and J.C. McClure // Scripta Mater. - 1999. - V. 40. - P. 1041–1046.

[15] Kazi S.H., Murr L.E. Complex flow phenomena associated with friction-stir welding of aluminum alloys // Proceedings of Symposium on Friction Stir Welding and Processing; Indianapolis, IN; United States; 4 November 2001 through 8 November 2001; P. 39-150.

[16] Ouyang J.H. Material flow and microstructure in the friction stir butt welds of the same and dissimilar aluminum alloys / J.H. Ouyang and R. Kovacevic // J. Mater. Eng. Perform. - 2002. - V. 11. - P. 51-63.

[17] Lee W.B. The mechanical properties related to the dominant microstructure in the weld zone of dissimilar formed Al alloy joints by friction stir welding / W.B. Lee, Y.M. Yeon, S.B. Jung // J. Mater. Sci. - 2003. - V. 38. - P. 4183 – 4191.

[18] Ke L.. Material flow patterns and cavity model in friction-stir welding of aluminum alloys / L. Ke, L. Xing and J.E. Indacochea // Metal. Mater. Trans. B. - 2004. - V. 35. - P. 153-160.

[19] Somasekharan A.C.. Microstructures in friction-stir welded dissimilar magnesium alloys and magnesium alloys to 6061-T6 aluminum alloy / A.C. Somasekharan, L.E. Murr L.E. // Mater. Character. - 2004. - V. 52. - P. 49– 64.

- [20] Reynolds A.P. Visualization of material flow in autogenous friction stir welds / A.P. Reynolds // *Sci. Technol. Weld. Join.* - 2000. - V. 5. - P. 120-124.
- [21] Seidel T.U. Visualization of the material flow in AA2195 friction-stir welds using a marker insert technique / T.U. Seidel and A.P. Reynolds // *Met. Mater. Trans. A.* - 2001. - V. 32. - P. 2879-2884.
- [22] Guerra M. Metal flow during friction stir welding // *Proceedings of Symposium on Friction Stir Welding and Processing*; Indianapolis, IN; United States; 4 November 2001 through 8 November 2001; P. 25-34.
- [23] Guerra M. Flow patterns during friction stir welding / M. Guerra, C. Schmidt, J.C. McClure, L.E. Murr, A.C. Nunes // *Mater. Character.* - 2003. - V. 49. - P. 95– 101.
- [24] Colegrove P., Shercliff H. Two-dimensional CFD modeling of flow round profiled FSW tooling // *Proceedings of Friction Stir Welding and Processing II*; TMS; Warrendale, PA; United States; 2003; P. 13.
- [25] Goetz R.L., Jata K.V. Modeling Friction Stir Welding of Titanium and Aluminum Alloys // *Proceedings of Friction Stir Welding and Processing*; TMS; Warrendale, PA; United States; 2001; P. 35.
- [26] Arbegast W.J. Modeling Friction Stir Joining as a Metalworking Process // *Proceedings of Hot Deformation of Aluminum Alloys III*; TMS; Warrendale, PA; United States; 2003; P. 313.
- [27] Sato Y.S. Microtexture in the Friction-Stir Weld of an Aluminum Alloy / Y.S. Sato, H. Kokawa, K. Iikeda, M. Enomoto, S. Jogan, T. Hashimoto // *Metal. Mater. Trans. A.* - 2001. - V. 32. - P. 941-948.
- [28] Field D.P. Heterogeneity of Crystallographic Texture in Friction Stir Welds of Aluminum / D.P. Field, T.W. Nelson, Y. Hovanski, and K.V. Jata // *Metal. Mater. Trans. A.* - 2001. - V. 32. - P. 2869-2877.
- [29] Park S.H.C. Basal plane texture and flow pattern in friction stir weld of a magnesium alloy / S.H.C. Park, Y.S. Sato, and H. Kokawa // *Metal. Mater. Trans. A.* - 2004. - V. 34. - P. 987-994.

- [30] Pouchou J.-L. Large-Field EBSD Mapping: Application to the Microstructure of a Friction Stir Welding Nugget / J.-L. Pouchou, D. Boivin, Y. Renollet, and C. Gallais // *Microchim. Acta.* - 2004. - V. 145. - P. 171–176.
- [31] Park S.H.C. Effect of micro-texture on fracture location in friction stir weld of Mg alloy AZ61 during tensile test / S.H.C. Park, Y.S. Sato, H. Kokawa // *Scripta Mater.* - 2003. - V. 49. - P. 161–166.
- [32] Fonda R.W. Development of grain structure during friction stir welding / R.W. Fonda, J.F. Bingert, K.J. Colligan // *Scripta Mater.* - 2004. - V. 51. - P. 243–248.
- [33] Chang C.I. Relationship between grain size and Zener–Holloman parameter during friction stir processing in AZ31 Mg alloys / C.I. Chang, C.J. Lee, J.C. Huang // *Scripta Mater.* - 2004. - V. 51. - P. 509–514.
- [34] Montheillet F. Relation between axial stresses and texture development during torsion testing: a simplified theory / F. Montheillet, P. Gilormini and J.J. Jonas // *Acta Mater.* - 1985. - V. 33. - № 4. - P. 705-717.
- [35] Beausir B. Ideal orientations and persistence characteristics of hexagonal close packed crystals in simple shear / B. Beausir, L.S. Toth, K.W. Neale // *Acta Mater.* - 2007. - V. 55. - P. 2695-2705.
- [36] Li S. Orientation stability in equal channel angular extrusion. Part II: Hexagonal close-packed materials / S. Li // *Acta Mater.* - 2008. - V. 56. - P. 1031-1043.
- [37] Jin H. Characterization of microstructure and texture in friction stir welded joints of 5754 and 5182 aluminium alloy sheets / H. Jin, S. Saimoto, M. Ball, P.L. Threadgill // *Mater. Sci. Technol.* - 2001. - V. 17. - P. 1605-1614.
- [38] Jin H., Ko C., Saimoto S., Threadgill P.L. Microstructure of friction stir welded joints in AA5182 // *Proceedings of The 7th International Conference ICCA7 - 'Aluminium Alloys: 'Their Physical and Mechanical Properties'*; Charlottesville, VA; Unated States; 9 April 2000 through 14 April 2000; Code 56687; P. 2.

- [39] Krishnan K.N. On the formation of onion rings in friction stir welds / K.N. Krishnan // Mater. Sci. Eng. A. - 2002. - V. 327. - P. 246–251.
- [40] Sutton M.A.. Microstructural studies of friction stir welds in 2024-T3 aluminum / M.A. Sutton, B. Yang, A.P. Reynolds, R. Taylor // Mater. Sci. Eng. A. - 2002. - V. 323. - P. 160–166.
- [41] Sutton M.A.. Mode I fracture and microstructure for 2024-T3 friction stir welds / M.A. Sutton, A.P. Reynolds, B. Yang, R. Taylor // Mater. Sci. Eng. A. - 2003. - V. 354. - P. 6-16.
- [42] Sutton M.A.. Banded microstructure in 2024-T351 and 2524-T351 aluminum friction stir welds Part II. Mechanical characterization / M.A. Sutton, B. Yang, A.P. Reynolds, J. Yan // Mater. Sci. Eng. A. - 2004. - V. 364. - P. 66–74.
- [43] Liu G. Microstructural aspects of the friction stir welding of 6061-T6 aluminum / G. Liu, L.E. Murr, C.-S. Niou, J.C. McClure, and F.R. Vega // Scripta Mater. - 1997. - V. 37. - P. 355-361.
- [44] Murr L.E. Friction-stir welding: microstructural characterization / L.E. Murr, R.D. Flores, O.V. Flores, J.C. McClure, G. Liu, D. Brown // Mat. Res. Innovat. - 1998. - V. 1. - P. 211–223.
- [45] Flores O.V. Microstructural issues in a friction-stir-welded aluminum alloy / O.V. Flores, C. Kennedy, L.E. Murr, D. Brown, S. Pappu, B.M. Nowak and J.C. McClure // Scripta Mater. - 1998. - V. 38. - P. 703–708.
- [46] Murr L.E. A TEM study of precipitation and related microstructures in friction-stir-welded 6061 aluminium / L.E. Murr, G. Liu, J.C. McClure // J. Mater. Sci. - 1998. - V. 33. - P. 1243-1251.
- [47] Sato Y.S. Microstructural Evolution of 6063 Aluminum during Friction-Stir Welding / Y.S. Sato, H. Kokawa, M. Enomoto, and S. Jogan // Metal. Mater. Trans. A. - 1999. - V. 30. - P. 2429-2437.
- [48] Sato Y.S. Precipitation sequence in friction stir weld of 6063 aluminum during aging / Y.S. Sato, H. Kokawa, M. Enomoto, S. Jogan, and T. Hashimoto // Metal. Mater. Trans. A. - 1999. - V. 30. - P. 3125—3130.

- [49] Jata K.V. Friction-stir welding effects on microstructure and fatigue of aluminum alloy 7050-T7451 / K.V. Jata, K.K. Sankaran, J.J. Ruschau // *Metal. Mater. Trans. A.* - 2000. - V. 31. - P. 2181-2192.
- [50] Heinz B. Microstructural and mechanical characterization of a friction stir welded Al-alloy / B. Heinz, B. Skrotzki, G. Eggler // *Mater. Sci. Forum.* - 2000. - V. 331. - P. 2.
- [51] Pao P.S., Gill S.J., Feng C.R., Sankaran K.K. Effect of weld microstructure on fatigue crack growth in friction stir welded Al 7050 // *Proceedings of the TMS 2001 Annual Meeting Aluminum Automotive and Joining Symposia*; New Orleans, LA; United States; 12 February 2001 through 14 February 2001; P. 265-279.
- [52] Denquin A. Influence of the initial condition on microstructure and properties of a friction stir welded 6065 alloy / A. Denquin, D. Allehaux, M.H. Campagnac, G. Lapasset // *Mater. Sci. Forum.* - 2002. - V. 396-402. - P. 1199-1204.
- [53] Lee W.B. Evaluation of the microstructure and mechanical properties of friction stir welded 6005 aluminum alloy / W.B. Lee, Y.M. Yeon and S.B. Jung // *Mater. Sci. Technol.* - 2003. - V. 19. - P. 1513-1518.
- [54] Salem H.G. Friction stir weld evolution of dynamically recrystallized AA 2095 weldments / H.G. Salem // *Scripta Mater.* - 2003. - V. 49. - P. 1103–1110.
- [55] Su J.-Q. Microstructural investigation of friction stir welded 7050-T651 aluminium / J.-Q. Su, T.W. Nelson, R. Mishra, M. Mahoney // *Acta Mater.* - 2003. - V. 51. - P. 713–729.
- [56] Lee W.B. The mechanical properties related to the dominant microstructure in the weld zone of dissimilar formed Al alloy joints by friction stir welding / W.B. Lee, Y.M. Yeon, S.B. Jung // *J. Mater. Sci.* - 2003. - V. 38. - P. 4183 – 4191.
- [57] Litynska L. TEM study of the microstructure evolution in a friction stir-welded Al-Cu-Mg-Ag alloy / L. Litynska, R. Braun, G. Staniek, C.D. Donne, J. Dutkiewicz // *Mater. Chem. Phys.* - 2003. - V. 81. - P. 293–295.



- [58] Hassan Kh. A.A. Stability of nugget zone grain structures in high strength Al alloy friction stir welds during solution treatment / Kh.A.A. Hassan, A.F. Norman, D.A. Price, P.B. Prangnell // *Acta Mater.* - 2003. - V. 51. - P. 1923–1936.
- [59] Denquin A. Microstructural and mechanical evolutions within friction stir welds of precipitation hardened aluminum alloys / A. Denquin, D. Allehaux, M.H. Campagnac, G. Lapasset // *Mater. Sci. Forum.* - 2003. - V. 426-432. - P. 2921-2926.
- [60] Fonda R.W., Bingert J.F. Texture and microstructure development in the heat affected zone of friction stir welds // *Friction Stir Welding and Processing II*; San Diego, CA; United States; 2 March 2003 through 6 March 2003; Code 61190; P. 191-198.
- [61] Hyoe T., Colegrove P.A., Shercliff H.R. Thermal and microstructure modeling in thick plate aluminum alloy 7075 friction stir welds // *Friction Stir Welding and Processing II*; San Diego CA; United States; 2 March 2003 through 6 March 2003; Code 61190; P. 33-42.
- [62] Yang B. Banded microstructure in AA2024-T351 and AA2524-T351 aluminum friction stir welds. Part I. Metallurgical studies / B. Yang, J. Yan, M.A. Sutton, A.P. Reynolds // *Mater. Sci. Eng. A.* - 2004. - V. 364. - P. 55–65.
- [63] Mishra R.S., Islamgaliev R.K., Nelson T.W., Hovansky Y., Mahoney M.W. Abnormal grain growth during high temperature exposure in friction stir processed 7050 and 2519 aluminum alloys // *Proceedings of Symposium on Friction Stir Welding and Processing*; Indianapolis, IN; United States; 4 November 2001 through 8 November 2001; P. 205-216.
- [64] Charit I., Ma Z.Y., Mishra R.S. Microstructural refinement and control in friction stir processed aluminum alloys for superplasticity // *TMS Annual Meeting, Hot Deformation of Aluminum Alloys III*; San Diego, CA; United States; 2 March 2003 through 6 March 2003; P. 331-341.
- [65] Karlsen M. SEM-EBSD characterization of the deformation microstructure in friction stir welded 2024 T351 aluminum alloy / M. Karlsen, Q. Frigaard, J.

Hjelen, Q. Grong, H. Norum // Mater. Sci. Forum. - 2003. - V. 426-432. - P. 2861-2866.

[66] Charit I. Evaluation of microstructure and superplasticity in friction stir processed 5083 Al alloy / I. Charit and R.S. Mishra // J. Mater. Res. - 2004. - V. 19. - P. 3329-3342.

[67] Ma Z.Y. Microstructural modification of cast aluminum alloys via friction stir processing / Z.Y. Ma, S.R. Sharma, R.S. Mishra, M.W. Mahoney // Mater. Sci. Forum. - 2003. - V. 426-432. - P. 2891-2896.

[68] Kwon Y.J. Friction stir process as a new manufacturing technique of ultrafine grained aluminum alloy / Y.J. Kwon, N. Saito, I. Shigematsu // J. Mater. Sci. Letter. - 2002. - V. 21. - P. 1473 – 1476.

[69] Mishra R.S. Friction stir processing: a novel technique for fabrication of surface composite / R.S. Mishra, Z.Y. Ma, I. Charit // Mater. Sci. Eng. A. - 2003. - V. 341. - P. 307-310.

[70] Liu H. J. Microstructure and mechanical properties of friction stir welded joints of AC4A cast aluminium alloy / H.J. Liu, H. Fujii and K. Nogi // Mater. Sci. Technol. - 2004. - V. 20. - P. 399-402.

[71] Esparza J.A. Microstructure-property studies in friction-stir welded thixomolded magnesium alloy AM60 / J.A. Esparza, W.C. Davis, L.E. Murr // J. Mater. Sci. - 2003. - V. 38. - P. 941– 952.

[72] Ma Z.Y., Mishra R.S., Mahoney M.W. Friction stir processing for microstructure modification of an aluminum casting // Friction Stir Welding and Processing II; San Diego, CA; United States; 2 March 2003 through 6 March 2003; P. 221-230.

[73] Ma Z.Y. Superplasticity in cast A356 induced via friction stir processing / Z.Y. Ma, R.S. Mishra, M.W. Mahoney // Scripta Mater. - 2004. - V. 50. - P. 931– 935.

[74] Murr L.E. Intercalation vortices and related microstructural features in the friction-stir welding of dissimilar metals / L.E. Murr, Y. Li, R.D. Flores, E.A. Trillo, J.C. McClure // Mat. Res. Innovat. - 1998. - V. 2. - P. 150–163.

- [75] Benavides S. Low-temperature friction-stir welding of 2024 aluminum / S. Benavides, Y. Li, L.E. Murr, D. Brown, and J.C. McClure // *Scripta Mater.* - 1999. - V. 41. - P. 809–815.
- [76] Jata K.V. Continuous dynamic recrystallization during friction stir welding of high strength aluminum alloys / K.V. Jata and S.L. Semiatin // *Scripta Mater.* - 2000. - V. 43. - P. 743–749.
- [77] Mishra R.S. High strain rate superplasticity in a friction stir processed 7075 Al alloy / R.S. Mishra, M.W. Mahoney, S.X. McFadden, N.A. Mara and A.K. Mukherjee // *Scripta Mater.* - 2000. - V. 42. - P. 163–168.
- [78] Mishra R.S., Mahoney M.W. Friction stir processing: a new grain refinement technique to achieve high strain rate superplasticity in commercial alloys // *Superplasticity in Advanced Materials (ICSAM-2000)*; Orlando, FL; United States; 1 August 2000 through 4 August 2000; P. 507-514.
- [79] Norman A.F. High resolution EBSD analysis of the grain structure in an AA2024 friction stir weld / A.F. Norman, I. Brough, P.B. Prangnell // *Mater. Sci. Forum* - 2000. - V. 331. - P. 2.
- [80] Nagasawa T., Otsuka M., Yokota T., Ueki T. Structure and mechanical properties of friction stir weld joints of magnesium alloy AZ31 // *Magnesium Technology 2000*; Nashville, TN; United States; 12 March 2000 through 16 March 2000; Code 60411; P. 383-387.
- [81] Sato Y.S. Retention of fine-grained microstructure of equal channel angular pressed aluminum alloy 1050 by friction stir welding / Y.S. Sato, M. Urata, H. Kokawa, K. Ikeda and M. Enomoto // *Scripta Mater.* - 2001. - V. 45. - P. 109-114.
- [82] Berbon P.B. Friction stir processing: a tool to homogenize nanocomposite aluminum alloys / P.B. Berbon, W.H. Bingel, R.S. Mishra, C.C. Bampton and M.W. Mahoney // *Scripta Mater.* - 2001. - V. 44. - P. 61–66.
- [83] Saito N. Grain refinement of 1050 aluminum alloy by friction stir processing / N. Saito, I. Shigematsu, T. Komaya, T. Tamaki, G. Yamauchi, M. Nakamura // *J. Mater. Sci. Letter.* - 2001. - V. 20. - P. 1913 – 1915.

- [84] Shigematsu I., Saito N., Komaya T., Tamaki T., Yamauchi G., Nakamura M. // Proceedings of Symposium on Friction Stir Welding and Processing; Indianapolis, IN; United States; 4 November 2001 through 8 November 2001; Code 60471; P. 217-224.
- [85] Charit I., Mishra R.S., Jata K.V. Superplastic behavior of friction stir processed aluminum-lithium alloy // Proceedings of Symposium on Friction Stir Welding and Processing; Indianapolis, IN; United States; 4 November 2001 through 8 November 2001; Code 60471; P. 225-234.
- [86] Salem H.G. Microstructure and retention of superplasticity of friction stir welded superplastic 2095 sheet / H.G. Salem, A.P. Reynolds, J.S. Lyons // Scripta Mater. - 2002. - V. 46. - P. 337–342.
- [87] Sato Y.S. Recovery retardation in equal channel angular pressed Al–Zr alloy during friction stir welding / Y.S. Sato, M. Urata, H. Kokawa, K. Ikeda // Scripta Mater. - 2002. - V. 47. - P. 869–873.
- [88] Ma Z.Y. Superplastic deformation behaviour of friction stir processed 7075Al alloy / Z.Y. Ma, R.S. Mishra, M.W. Mahoney // Acta Mater. - 2002. - V. 50. - P. 4419–4430.
- [89] Lee W.-B., Yeon Y.-M., Kim S.K., Kim Y.-J., Jung S.-B. Microstructure and mechanical properties of friction stir welded AZ31 MG alloy // TMS Annual Meeting, Magnesium Technology 2002; Seattle, WA; United States; 17 February 2002 through 21 February 2002; P. 309-312.
- [90] Kwon Y.-J. Production of ultra-fine grained aluminum alloy by friction stir process / Y.-J. Kwon, I. Shigematsu, N. Saito // J. Jap. Inst. Met. - 2002. - V. 66. - P. 1325-1332.
- [91] Sato Y.S., Urata M., Kokawa H., Ikeda K. Reproduction of ultra-fine grains in equal channel angular pressed Al alloy 5083 by friction stir process // Trends in Welding Research: Proceedings of the 6th International Conference; Phoenix, AZ; United States; 15 April 2002 through 19 April 2002; Code 62381; P. 262-266.

- [92] Kh. Hassan A.A. Effect of welding parameters on nugget zone microstructure and properties in high strength aluminium alloy friction stir welds / A.A. Kh. Hassan, P.B. Prangnell, A.F. Norman, D.A. Price and S.W. Williams // *Sci. Technol. Weld. Join.* - 2003. - V. 8. - P. 257-268.
- [93] Rhodes C.G. Fine-grain evolution in friction-stir processed 7050 aluminum / C.G. Rhodes, M.W. Mahoney, W.H. Bingel, M. Calabrese // *Scripta Mater.* - 2003. - V. 48. - P. 1451–1455.
- [94] Sato Y.S. Hall-Petch relationship in friction stir welds of equal channel angular-pressed aluminium alloys / Y.S. Sato, M. Urata, H. Kokawa, K. Ikeda // *Mater. Sci. Eng. A.* - 2003. - V. 354. - P. 298-305.
- [95] Peel M. Microstructure, mechanical properties and residual stresses as a function of welding speed in aluminium AA5083 friction stir welds / M. Peel, A. Steuwer, M. Preuss, P.J. Withers // *Acta Mater.* - 2003. - V. 51. - P. 4791–4801.
- [96] Cabibbo M. TEM analysis of a friction stir-welded butt joint of Al–Si–Mg alloys / M. Cabibbo, E. Meccia, E. Evangelista // *Mater. Chem. Phys.* - 2003. - V. 81. - P. 289–292.
- [97] Su J.-Q. A new route to bulk nanocrystalline materials / J.-Q. Su, T.W. Nelson, and C.J. Sterling // *J. Mater. Res.* - 2003. - V. 18. - P. 1757-1760.
- [98] Ma Z.Y. Cavitation in superplastic 7075Al alloys prepared via friction stir processing / Z.Y. Ma, R.S. Mishra // *Acta Mater.* - 2003. - V. 51. - P. 3551–3569.
- [99] Charit I. High strain rate superplasticity in a commercial 2024 Al alloy via friction stir processing / I. Charit, R.S. Mishra // *Mater. Eng. A.* - 2003. - V. 359. - P. 290-296.
- [100] Ma Z.Y. High strain rate superplasticity in friction stir processed Al-Mg-Zr Alloy / Z.Y. Ma, R.S. Mishra, M.W. Mahoney, R. Grimes // *Mater. Sci. Eng. A.* - 2003. - V. 351. - P. 148-153.
- [101] Park S.H.C. Microstructural evolution and its effect on Hall-Petch relationship in friction stir welding of thixomolded Mg alloy AZ91D / S.H.C. Park, Y.S. Sato, H. Kokawa // *J. Mater. Sci.* - 2003. - V. 38. - P. 4379 – 4383.

- [102] Kwon Y.-J. Grain refinement and mechanical property improvements in aluminum alloys using the friction stir process / Y.-J. Kwon, I. Shigematsu, N. Saito // J. Jap. Inst. Metal. - 2003. - V. 67. - P. 547-554.
- [103] Lapasset G. Investigation of the microstructure and properties of a friction stir welded Al-Mg-Sc alloy / G. Lapasset, Y. Girard, M.H. Campagnac, D. Bovin // Mater. Sci. Forum. - 2003. - V. 426-432. - P. 2987-2992.
- [104] Salem H.G. Material flow characteristics of friction stir welded fine structured weldalite thin sheets / H.G. Salem // J. Eng. Appl. Sci. - 2003. - V. 50. - P. 965-980.
- [105] Lippold J.C. Microstructure and properties of aluminum friction stir welds / J.C. Lippold, P.J. Ditzel // Mater. Sci. Forum. - 2003. - V. 426-432. - P. 4597-4602.
- [106] Hirano S. Microstructure of dissimilar joint interface of magnesium alloy and aluminum alloy by friction stir welding / S. Hirano, K. Okamoto, M. Doi, H. Okamura, M. Inagaki, Y. Aono // Q. J. Jap. Weld. Soc. - 2003. - V. 21. - P. 539-545.
- [107] Sato Y.S. Friction stir welding of ultrafine grained Al alloy 1100 produced by accumulative roll-bonding / Y.S. Sato, Y. Kurihara, S.H.C. Park, H. Kokawa, N. Tsuji // Scripta Mater. - 2004. - V. 50. - P. 57-60.
- [108] Park H.S. Microstructures and mechanical properties of friction stir welds of 60% Cu-40% Zn copper alloy / H.S. Park, T. Kimura, T. Murakami, Y. Naganod, K. Nakata, M. Ushio // Mater. Sci. Eng. A. - 2004. - V. 371. - P. 160-169.
- [109] Salem H.G. Structural Evolution and Superplastic Formability of Friction Stir Welded AA 2095 Sheets / H.G. Salem, A.P. Reynolds, and J.S. Lyons // J. Mater. Eng. Perform. - 2004. - V. 13. - P. 24-31.
- [110] Sato Y.S. Post-weld formability of friction stir welded Al alloy 5052 / Y.S. Sato, Y. Sugiura, Y. Shoji, S.H.C. Park, H. Kokawa, K. Ikeda // Mater. Sci. Eng. A. - 2004. - V. 369. - P. 138-143.



- [111] Schneider J.A. Characterization of plastic flow and resulting microtextures in a friction stir weld / J.A. Schneider and A.C. Nunes // *Metal. Mater. Trans. B.* - 2004. - V. 35. - P. 777-783.
- [112] Mishra R.S. Friction stir processing for superplasticity / R.S. Mishra // *Adv. Mater. Process.* - 2004. - V. 162. - P. 45-47.
- [113] Liu L. Microscopic observations of friction stir welded 6061 aluminum alloy / L. Liu, H. Nakayama, S. Fukumoto, A. Yamamoto, H. Tsubakino // *Mater. Trans.* - 2004. - V. 45. - P. 288-291.
- [114] Mahoney M. Friction stir processing creates aluminum-alloy superplasticity / M. Mahoney, R. Mishra, T. Nelson // *Industrial Heating.* - 2002. - V. 69. - P. 31-33.
- [115] Colligan K. Material flow behavior during friction stir welding of aluminum / K. Colligan // *Welding Journal.* - 1999. - V. 78. - № 7. - P. 229-237.
- [116] Prangnell P.B. Grain structure formation during friction stir welding observed by the "stop action technique" / P.B. Prangnell and C.P. Heason // *Acta Mater.* - 2005. - V. 53. - P. 3179-3192.
- [117] Adams B.L. Orientation imaging: the emergence of a new microscopy / B.L. Adams, S.I. Wright, and K. Kunze // *Metal. Tans. A.* - 1993. - V. 24. - P. 819-831.
- [118] Randle V. *Microtexture determination and its application.* London: The Institute of Materials, 1992. 174 p.
- [119] Schwartz A.J., Kumar M., Adams B.L., Field D.P. *Electron backscatter diffraction in materials science*, 2nd Edition. New York: Springer, 2009. 406 p.
- [120] Humphreys F.J. Quantitative metallography by electron backscattered diffraction / F.J. Humphreys // *J. Micros.* - 1999. - V. 195. - P. 170-185.
- [121] Humphreys F.J. Review grain and subgrain characterization by electron backscatter diffraction / F.J. Humphreys // *J. Mater. Sci.* - 2001. - V. 36. - P. 3833-3854.

- [122] Humphreys F.J. Characterisation of fine-scale microstructure by electron backscatter diffraction (EBSD) / F.J. Humphreys // Scripta Mater. - 2004. - V. 51. - P. 771-776.
- [123] Dingley D. Progressive steps in the development of electron backscatter diffraction and orientation imaging microscopy / D. Dingley // J. Microsc. - 2004. - V. 213. - P. 214-224.
- [124] Salimyanfard F. EBSD analysis of nano-structured copper processed by ECAP / F. Salimyanfard, M.R. Toroghinejad, F. Ashrafizadeh et al. // Mater. Sci. Eng. A. - 2011. - V. 528. - P. 5348–5355.
- [125] Swaminathan S. Large strain deformation and ultra-fine grained materials by machining / S. Swaminathan, R.M. Shankar, S. Lee et al. // Mater. Sci. Eng. A. - 2005. - V. 410–411. - P. 358–363.
- [126] Chen C.L. The combined use of EBSD and EDX analyses for the identification of complex intermetallic phases in multicomponent Al–Si piston alloys / C.-L. Chen, R.C. Thomson // J. Alloys and Compounds. - 2010. - V. 490. - P. 293–300.
- [127] Hu C. Improving the intergranular corrosion resistance of 304 stainless steel by grain boundary network control / C. Hu, S. Xia, H. Li et al. // Corrosion Science. - 2011. - V. 53. - P. 1880–1886.
- [128] Field D.P. Recent advances in the application of orientation imaging / D.P. Field // Ultramicroscopy. - 1997. - V. 67. - P. 1-9.
- [129] Randle V. Electron backscatter diffraction: strategies for reliable data acquisition and processing / V. Randle // Mater. Character. - 2009. - V. 60. - P. 913-922.
- [130] 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 // ФТТ. - 2005. - №7. - С. 1217-1225.

- [131] 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.
- [132] Даниленко В.Н. Применение EBSD-анализа в физическом материаловедении / В.Н. Даниленко, С.Ю. Миронов, А. Беляков, А.П. Жилиев // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. - 2012. - №2. - С. 28-46.
- [133] 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 // ФТТ. – 2012. – т. 54. – С. 652-656.
- [134] S. Mironov, Y.S. Sato, and H. Kokawa, Applications of EBSD to microstructure control in friction stir welding/processing, in Electronic Backscatter Diffraction in Materials Science, 2<sup>nd</sup> Edition, Adam J. Schwartz, Mukul Kumar, Brent L. Adams, David P. Field editors, Springer, Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2010, pp. 291-300
- [135] 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.
- [136] 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 Mater. - 2009. - V. 57. - P. 5406-5418.
- [137] Reynolds A.P. Texture in friction stir welds of Timetal 21S / A.P. Reynolds, E. Hood, W. Tang // Scripta Mat. - 2005. - V. 52. - P. 491-494.
- [138] Mironov S. Microstructure evolution during friction stir processing of pure iron / S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa // Acta Mater. - 2008. - V. 56. - P. 2602-2614.

- [139] Fonda R.W. Texture development in friction stir welds / R.W. Fonda, K.E. Knipling // *Sci. Tech. Weld. Join.* - 2001. - V. 16. - № 4. - P. 288-294.
- [140] 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 // *Metall. Mat. Trans. - A.* - 2013. - V. 44. - P. 1153-1157.
- [140] Inagaki K. Effect of tool rotational speed on microstructure of friction stir welded copper // *Proceedings of 93<sup>rd</sup> National meeting of Japanese Welding Society*; Okayama, Japan; 2 September 2013 through 4; 2013.
- [141] 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 Mater.* - 2011. - V. 59. - P. 7439-7449.
- [142] 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 // *Metall. Mat. Trans. A.* - 2013. - V. 44. - P. 3157-3166.
- [143] Mironov S. Structural response of superaustenitic stainless steel to friction stir welding / S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa // *Acta Mater.* - 2011. - V. 59. - P. 5472-5481.
- [144] Mironov S. Microstructural evolution during friction stir welding of Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn alloy / S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa // *Mater. Sci. Eng. A.* - 2010. - V. 527. - P. 7498-7504.
- [145] 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 // *Mater. Trans.* - 2009. - V. 50. - № 3. - P. 610-617.
- [146] Mironov S. Development of grain structure during friction stir welding of pure titanium / S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa // *Acta Mater.* - 2009. - V. 57. - P. 4519-4528.
- [147] 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 Mater.* - 2012. - V. 67. - P. 241-244.

- [148] Beausir B. Ideal orientations and persistence characteristics of hexagonal close packed crystals in simple shear / B. Beausir, L.S. Toth, K.W. Neale // *Acta Mater.* - 2007. - V. 55. - P. 2695-2705.
- [149] 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 // *Metal. Mater. Trans. A.* - 2010. - V. 41. - P. 1016-1024.
- [150] 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 // *Mater. Sci. Eng. A.* - 2010. - V. 527. - P. 1962-1969.
- [151] Li B.L. Microstructural evolution of IF-steel during cold rolling / B.L. Li, A. Godfrey, Q.C. Meng, Q. Liu, N. Hansen // *Acta Mater.* - 2004. - V. 52. - P. 1069-1081.
- [152] Hurley P.J. The application of EBSD to the study of substructural development in a cold-rolled single-phase aluminum alloy / P.J. Hurley, F.J. Humphreys // *Acta Mater.* 2003. - V. 51. - P. 1087–1102.
- [153] Hansen N. Development of microstructure in FCC metals during cold work / N. Hansen N. and D. Juul Jensen // *Phil. Trans. R. Soc Lond. A.* - 1999. - V. 357. - P. 1447-1469.
- [154] Prangnell P.B. Ultra-fine grain structures in aluminum alloys by severe deformation processing / P.B. Prangnell, J.R. Bowen, P.J. Apps // *Mater. Sci. Eng. A.* - 2004. - V. 357-377. - P. 178-185.
- [155] Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов / В.В. Рыбин. - М.: Металлургия, 1986. – 224 с.
- [156] Humphreys F.J. Measuring the alignment of low-angle boundaries formed during deformation / F.J. Humphreys, P.S. Bate // *Acta Mater.* - 2006. - V. 54. - P. 817-829.
- [157] Liu Q. Effect of grain orientation on deformation structure in cold-rolled aluminium / Q. Liu, D. Juul Jensen and N. Hansen // *Acta Mater.* - 1998. - V. 46. - P. 5819-5838.

- [158] Haldar A. Grain orientation dependence of microstructures in a warm rolled IF steel / A. Haldar, X. Huang, T. Leffers, N. Hansen, R.K. Ray // *Acta Mater.* - 2004. - V. 52. - P. 5404-5418.
- [159] Hughes D.A. High-angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms / D.A. Hughes and N. Hansen // *Acta Mater.* - 1997. - V. 45. - P. 3871-3886.
- [160] Zhao J. Comparison of measured and texture-estimated misorientation distributions in type 304 stainless steel tubing / J. Zhao, B.L. Adams and P.R. Morris // *Textures and Microtextures.* - 1988. - V. 8-9. - P. 493-508.
- [161] Mironov S. Effect of welding temperature on microstructure of friction-stir welded aluminum alloy 1050 / S. Mironov, K. Inagaki, Y.S. Sato and H. Kokawa // *Metal. Mater. Trans. A.* – 2015. – V. 46. - № 2. P. 783-790.
- [162] Kocks U.F. and Canova G.R. How many slip systems, and which? In: Hansen N., Horsewell A., Leffers T. and Lilholt H., editors. *Deformation of Polycrystals: Mechanisms and Microstructures* / U.F. Kocks and G.R. Canova. - Riso National Laboratory: Roskilde, 1981. p. 35.
- [163] Montheillet F. Relation between axial stresses and texture development during torsion testing: a simplified theory / F. Montheillet, P. Gilormini and J.J. Jonas // *Acta Metall.* – 1985. – V. 33. – P. 705-717.
- [164] Pettersen T. On the origin of strain softening during deformation of aluminum in torsion to large strains / T. Pettersen and E. Nes // *Metall. Mater. Trans. A.* – 2003. – V. 34. – P. 2727-2736.
- [165] Sato Y.S. Microstructural factors governing hardness in friction-stir welds of solid-solution-hardened Al alloys / Y.S. Sato, S.H.C. Park and H. Kokawa // *Metall. Mater. Trans. A.* – 2001. – V. 32. – P. 3033-3042.
- [166] Salishchev G. Changes in misorientations of grain boundaries in titanium during deformation / G. Salishchev, S. Mironov, S. Zherebtsov, A. Belyakov // *Mater. Character.* - 2010. - V. 61. - P. 732-739.



- [167] Нестерова Е.В. Механическое двойникование и фрагментация технически чистого титана при больших пластических деформациях / Е.В. Нестерова и В.В. Рыбин // ФММ. - 1985. - Т. 59. - С. 395-406.
- [168] 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 Mater.* - 2013. - V. 61. - P. 3465-3472.
- [169] Mironov S. Development of grain structure during friction-stir welding of Cu–30Zn brass / S. Mironov, K. Inagaki, Y.S. Sato and H. Kokawa // *Phil. Mag.* – 2014. – V. 94. - № 27. –P. 3137-3147
- [170] Sun Y.F. The microstructure and mechanical properties of friction stir welded Cu-30Zn brass alloys / Y.F. Sun, N.Xu, H. Fujii // *Mater. Sci. Eng. A.* – 2014. – V. 589. – P. 228-234.
- [171] Jiang Z. A dislocation density approximation for the flow stress-grain size relation of polycrystals / Z. Jiang, J. Lian and B. Baudalet // *Acta Metall. Mater.* – 1995. – V. 43. – P. 3349-3360.
- [172] Mironov S. Microstructural evolution of pure copper during friction-stir welding / S. Mironov, K. Inagaki, Y.S. Sato and H. Kokawa // *Phil. Mag.* – 2015. –V. 95. - №. 4. –P. 367-381.
- [173] Sun Y.F. Investigation of the welding parameter dependent microstructure and mechanical properties of friction stir welded pure copper / Y.F. Sun, H. Fujii // *Mater. Sci. Eng. A.* – 2010. – V. 527. – P. 6879–6886.
- [174] Mironov S. Microstructure evolution during friction-stir welding of AZ31 magnesium alloy / S. Mironov, T. Onuma, Y.S. Sato, H. Kokawa // *Acta Mater.* – 2015. – V. 100. – P. 301-312.
- [175] Yang J. Effects of heat input on tensile properties and fracture behavior of friction stir welded Mg-3Al-1Zn alloy / J. Yang, B.L. Xiao, D. Wang, Z.Y. Ma // *Mater. Sci. Eng. A.* – 2010. – V. 527. – P. 708-714.

- [176] Lee C.J. Improvement of yield stress of friction-stirred Mg-Al-Zn alloys by subsequent compression / C.J. Lee, J.C. Huang and X.H. Du // *Scripta Mater.* – 2007. – V. 56. – P. 875-878.
- [177] Yuan W. Effect of texture on the mechanical behavior of ultrafine grained magnesium alloy / W. Yuan, R.S. Mishra, B. Carlson, R.K. Mishra, R. Verma and R. Kubic // *Scripta Mater.* – 2011. – V. 64. – P. 580-583
- [178] Yuan W. Grain size and texture effects on deformation behavior of AZ31 magnesium alloy / W. Yuan, R.S. Mishra // *Mater. Sci. Eng. A.* – 2010. – V. 558. – P. 716-724.
- [179] Yuan W. Material flow and microstructural evolution during friction stir spot welding of AZ31 magnesium alloy / W. Yuan, R.S. Mishra, B. Carlson, R. Verma, R.K. Mishra // *Mater. Sci. Eng. A.* – 2012. – V. 543. – P. 200-209.
- [180] Xin R. Mechanisms of fracture and inhomogeneous deformation on traverse tensile test of friction-stir-processed AZ31 Mg alloy / R. Xin, D. Liu, B. Li, L. Sun, Z. Zhou, Q. Liu // *Mater. Sci. Eng. A.* – 2013. – V. 565. – P. 333-341
- [181] Xin R. Effect of subsequent tension and annealing on microstructure evolution and strength enhancement of friction stir welded Mg alloys / R. Xin, L. Sun, D. Liu, Z. Zhou, Q. Liu // *Mater. Sci. Eng. A.* – 2014. – V. 602. – P. 1-10
- [182] Wang Y.N. Texture and weak grain size dependence in friction stir processed Mg-Al-Zn alloy / Y.N. Wang, C.I. Chang, C.J. Lee, H.K. Lin and J.C. Huang // *Scripta Mater.* – 2006. V. 55. P. 637-640.
- [183] Yu Z. Influence of thermos-mechanical parameters on texture and tensile behavior of friction stir processed Mg alloy / Z. Yu, H. Choo, Z. Feng and S.C. Vogel // *Scripta Mater.* 2010. – V. 63. – P. 1112-1115.
- [184] Xin R. Characteristics of long {10-12} twin bands in sheet rolling of a magnesium alloy / R. Xin, G. Guo, Z. Xu, G. Liu, X. Huang and Q. Liu // *Scripta Mater.* 2014. – V. 74. P. 96-99.
- [185] Yang Q. Effect of tool geometry and process conditions on static strength of a magnesium friction stir lap linear weld / Q. Yang, X. Li, K. Chen, Y.J. Shi // *Mater. Sci. Eng. A.* – 2011. – V. 528. – P. 2463-2478.

- [186] Commin L. Influence of the microstructural changes and induced residual stresses on tensile properties of wrought magnesium alloy friction stir welds / L. Commin, M. Dumont, R. Rotinat, F. Pierron, J.-E. Masse, L. Barrallier // Mater. Sci. Eng. A. – 2012. – V. 551. – P. 288-292
- [187] Xin R. Changes in texture and microstructure of friction stir welded Mg alloy during post-rolling and their effect on mechanical properties / R. Xin, D. Liu, Z. Xu, B. Li, Q. Liu // Mater. Sci. Eng. A. – 2013. – V. 582. – P. 178-187
- [188] Kang J. Effect of inhomogeneous deformation on anisotropy of AZ31 magnesium sheet / J. Kang, D.S. Wilkinson, R.K. Mishra, W.Yuan, R.S. Mishra // Mater. Sci. Eng. A. – 2013. – V. 567. – P. 101-109
- [189] Naik B.S. Texture development in a friction stir lap-welded AZ31B magnesium alloy / B.S. Naik, D.L. Chen, X. Cao, and P. Wanjara // Metal. Mater. Trans. A. – 2014. – V. 45. – P. 4333-4349.
- [190] Nave M.D. Microstructures and textures of pure magnesium deformed in plane-strain compression / M.D. Nave, M.R. Barnett // Scripta Mat. - 2004. - V. 51. - P. 881-885.
- [191] Mironov S. Development of grain structure in  $\beta$ -phase field during friction stir welding of Ti-6Al-4V alloy / S. Mironov, Y. Zhang, Y.S. Sato and H. Kokawa // Scripta Mater. - 2009. - V. 59. - P. 27-30.
- [192] Mironov S. Crystallography of transformed  $\beta$  microstructure in friction stir welded Ti-6Al-4V alloy / S. Mironov, Y. Zhang, Y.S. Sato and H. Kokawa // Scripta Mater. - 2008. - V. 59. - P. 511-514.
- [193] Mironov S. Evaluation of texture developed in high-temperature  $\beta$ -phase during friction stir welding of Ti-6Al-4V / S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa // Key Eng. Mater. - 2012. - V. 508. - P. 106-111.
- [194] Mironov S. Microstructural evolution during friction stir welding of Ti-6Al-4V alloy // Titanium Alloys: Preparation, Properties and Applications, Pedro N. Sanchez editor, Nova Science Publishers, Inc., New York, 2010, P. 385-403.

- [195] Gey N. Characterization of the variant selection occurring during the  $\alpha$ - $\beta$ - $\alpha$  phase transformation of a cold rolled titanium sheet / N. Gey, M. Humbert // *Acta Mater.* - 2002. - V. 50. - P. 277-287.
- [196] Gey N. Specific analysis of EBSD data to study the texture inheritance due to the  $\beta$ - $\alpha$  phase transformation / N. Gey, M. Humbert // *J. Mater. Sci.* 2003. - V. 38. - P. 1287-1294.
- [197] Germain L. Reliability of reconstructed  $\beta$ -orientation maps in titanium alloys / L. Germain, N. Gey, M. Humbert // *Ultramicros.* - 2007. - V. 107. - P. 1129-1135.
- [198] Karthikeyan T. Evaluation of misorientation angle axis set between variants during transformation of bcc to hcp phase obeying Burgers orientation relation / T. Karthikeyan, S. Saroja and M. Vijayalakshmi / *Scripta Mater.* - 2006. - V. 55. - P. 771-774.
- [199] Wang S.C. Effect of self accommodation on  $\alpha/\alpha$  boundary populations in pure titanium / S.C. Wang, M. Aindow, M.J. Starink // *Acta Mater.* - 2003. - V. 51. - P. 2485-2503.
- [200] Lienert T.J. Microstructure and mechanical properties of friction stir welded titanium alloy // *Friction Stir Welding and Processing*, ed. R.S. Mishra, M.W. Mahoney, ASM International, 2007, P. 123-154.
- [201] Fonda R.W. Texture development in near- $\alpha$  Ti friction stir welds / R.W. Fonda, K.E. Knippling // *Acta Mater.* - 2010. - V. 58. - P. 6452-6463.
- [202] Pilchak A.L. Microstructure evolution during friction stir welding of mill-annealed Ti-6Al-4V / A.L. Pilchak, W. Tang, H. Sahier, A.P. Reynolds, and J.C. Williams // *Met. Mater. Trans. A.* - 2011. - V. 42. - P. 745-762.
- [203] Davies P.S. Development of microstructure and crystallographic texture during stationary shoulder friction stir welding of Ti-6Al-4V / P.S. Davies, B.P. Wynne, W.M. Rainforth, M.J. Thomas, and P.L. Threadgill // *Met. Mater. Trans. A.* - 2011. - V. 42. - P. 2278-2289.
- [204] 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 // Sci. Tech. Weld. Join. - 2009. - V. 14. - P. 221-227.

[205] 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 // Metal. Mater. Trans. A. - 2009. - V. 40. - P. 2033-2035.

[206] Ohashi R. Friction spot joining of high strength steel sheets for automobiles / R. Ohashi, M. Fujimoto, S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa // Weld. World. - 2009. - V. 53. - № 5-6. - P. 23-27.

[207] Kitahara H. Crystallographic features of lath martensite in low-carbon steel / H. Kitahara, R. Ueji, N. Tsuji, Y. Minamino // Acta Mater. - 2006. - V. 54. - P. 1279-1288.

[208] Kitahara H. Crystallographic analysis of plate martensite in Fe-28.5 at. % Ni by FE-SEM/EBSD / H. Kitahara, R. Ueji, M. Ueda, N. Tsuji, Y. Minamino // Mater. Charact. - 2005. - V. 54. - P. 378-386.

[209] Sonderegger B. Martensite laths in creep resistant martensite 9-12% Cr steels – calculation and measurement misorientations / B. Sonderegger, S. Mitsche, H. Cerjak // Mater. Charact. - 2007. - V. 58. - P. 874-882.

[210] Kaputkina L.M. Martensitic transformations and martensite structure in thermomechanically strengthened high-nitrogen steels / L.M. Kaputkina, V.G. Prokoshkina // Mater. Sci. Eng. A. - 2006. - V. 438-440. - P. 228-232.

[211] Mironov S. Relationship between material flow and abnormal grain growth in friction-stir welds / S. Mironov, K. Masaki, Y.S. Sato, H. Kokawa // Scripta Mater. - 2012. - V. 67. - P. 983-986.

[212] Mironov S. Grain Growth Behaviors in a Friction-Stir-Welded ZK60 Magnesium Alloy / S. Mironov, Y. Motohashi and R. Kaibyshev // Mater. Trans. - 2007. - V. 48. - №. 6. - P. 1387–1395.

[213] Charit I. Abnormal grain growth in friction stir processed alloys / I. Charit, and R.S. Mishra // Scripta Mater. - 2008. - V. 58. - P. 367–371.

[214] Attallah M.M. Friction stir welding parameters: a tool for controlling abnormal grain growth during subsequent heat treatment / M.M. Attallah, H.G. Salem // Mater. Sci. Eng. A. - 2005. - V. 391. - P. 51–59.

- [215] Chen K. The mechanism of grain coarsening in friction-stir-welded AA5083 after heat treatment / K. Chen, W. Gan, K. Okamoto, K. Chung, and R.H. Wagoner // *Metal. Mater. Trans. A.* - 2011. - V. 42. - P. 488-507.
- [216] Safarkhanian M. A. Effect of abnormal grain growth on tensile strength of Al–Cu–Mg alloy friction stir welded joints / M.A. Safarkhanian, M. Goodarzi, S.M.A. Boutorabi // *J. Mater. Sci.* - 2009. - V. 44. - № 20. - P. 5452–5458.
- [217] Sato Y. S. Grain growth phenomena in friction stir welded 1100 Al during post-weld heat treatment / Y.S. Sato, H. Watanabe and H. Kokawa // *Sci. Tech. Weld. Join.* - 2007. - V. 12. - № 4. - P. 318-323.
- [218] Humphreys F.J. A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth of cellular microstructures – I. The basic model / F.J. Humphreys // *Acta Mater.* - 1997. - V. 45. - № 10. - P. 4231-4240.
- [219] Humphreys F.J. A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth of cellular microstructures – II. The effect of second-phase particles / F.J. Humphreys // *Acta Mater.* - 1997. - V. 45. - № 12. - P. 5031-5039.
- [220] Humphreys F.J., Hatherly M. *Recrystallization and related phenomena* / F.J. Humphreys, M. Hatherly. – Elsevier: Oxford, 2004. – 574 p.



# СПИСОК ИЛЛЮСТРАТИВНОГО МАТЕРИАЛА

## Таблицы

**Таблица 2.1.** Химический состав исследованных алюминиевых сплавов

**Таблица 2.2.** Химический состав исследованных магниевых сплавов

**Таблица 2.3.** Химический состав исследованных титановых сплавов

**Таблица 2.4.** Химический состав исследованных медных сплавов

**Таблица 2.5.** Химический состав исследованных сплавов на основе железа

**Таблица 2.6.** Химический состав исследованного циркониевого сплава Zircaloy-4

**Таблица 2.7.** Химический состав исследованного сплава Inconel 625

**Таблица 2.8.** Основные технические характеристики использованной сварочной машины

**Таблица 2.9.** Используемые режимы ОТП различных материалов

**Таблица 4.1.** Идеальные текстуры простого сдвига для ГЦК металлов [139]

**Таблица 4.2.** Идеальные текстуры простого сдвига для ОЦК металлов [139]

**Таблица 4.3.** Идеальные текстуры простого сдвига для ГПУ металлов [139]

**Таблица 5.1.** Средний размер зерен и субзерен, а также доля БУГ в различных микроструктурных регионах на Рис. 5.2а

**Таблица 5.2.** Средний размер зерен и субзерен, а также доля БУГ в различных частях зоны перемешивания, как показано на Рис. 5.5

**Таблица 7.1.** Удельная доля МУГ и двойниковых границ  $\Sigma 3$  в различных микроструктурных регионах на Рис. 7.2а

**Таблица 7.2.** Характеристики зеренной структуры в различных частях зоны перемешивания

**Таблица 7.3.** Варьирование объемной доли рекристаллизованной микроструктуры в зоне перемешивания

**Таблица 10.1.** Изменение удельной доли границ двойников при высокотемпературной ОТП магниевго сплава AZ31

**Таблица 10.2.** Изменение удельной доли границ двойников при низкотемпературной ОТП магниевго сплава AZ31

**Таблица 11.1.** Номенклатура сплавов и параметры ОТП, использованные для изучения фазовых превращений

**Таблица 11.2.** Возможные разориентировки между  $\alpha$  вариантами, сформировавшимися в одном и том же исходном  $\beta$  зерне [195-199]

**Таблица 11.3.** Средний размер  $\beta$  зерен, измеренный методом секущих в различных частях зоны перемешивания

**Таблица 12.1.** Возможные разориентировки между мартенситными вариантами, образовавшимися в одном и том же исходном аустенитном зерне [209]

**Таблица 13.1.** Номенклатура сплавов и параметры ОТП, использованные для изучения аномального роста зерен

**Таблица 13.2.** Варьирование среднего размера зерен внутри зоны обработки

**Таблица 13.3.** Варьирование доли БУГ внутри зоны обработки

**Таблица 13.4.** Варьирование объемной доли (в %) частиц вторичных фаз в зоне обработки

**Таблица 13.5.** Варьирование параметра  $Z$  в различных частях зоны обработки

## **Рисунки**

**Рисунок 1.1.** Принципиальная схема сварки трением с перемешиванием: (а) вращение сварочного инструмента, (б) его внедрение в стык между двумя свариваемыми заготовками, (в) перемещение инструмента вдоль сварного шва и (г) извлечение инструмента из сварного шва по окончании процесса сварки. Подробности приведены в разделе 1.1.1.

**Рисунок 1.2.** Инструмент для сварки трением с перемешиванием

**Рисунок 1.3.** Примеры практического использования сварки трением с перемешиванием: (а) производство внешних топливных баков для космических ракет Delta IV, (б) крепление стрингеров к обшивке фюзеляжа самолета Eclipse 500 Jet (в) крепление ребер жесткости к корпусу поезда Tsukuba express, (г) крепление крыши и задней двери к кузову автомобиля Mazda RX-8.

**Рисунок 1.4.** Динамика научных публикаций в области сварки/обработки трением с перемешиванием. В качестве искомым принимались публикации в названии, аннотации или ключевых словах которых фигурировал термин «friction stir». Поиск осуществлялся при помощи системы Scopus.

**Рисунок 1.5.** Типичные структуры, наблюдаемые при сварке разнородных металлов: (а) реконструкция трехмерной макроструктуры в зоне сварного шва, (б) локальные структуры, иллюстрирующие сложный характер пластического течения [11].

**Рисунок 1.6.** Представление ОТП как термомеханического процесса, включающего в себя 5 последовательных стадий: (1) предварительный нагрев материала, (2) его предварительная деформация, (3) экструзия, (4) ковка, (5) охлаждение [26].

**Рисунок 1.7.** Полюсные фигуры  $\{0002\}$  и  $\{1010\}$  иллюстрирующие неоднородное распределение текстуры внутри зоны перемешивания в магниевом сплаве AZ31 [27].

**Рисунок 1.8.** Типичные макроструктуры зоны обработки, формирующейся при ОТП: поперечное сечение [2] (а), вид сверху (б) [40].

**Рисунок 2.1.** Форма и размеры некоторых сварочных инструментов, использованных в диссертационной работе: инструмент из инструментальной стали (а), инструмент из сплава на основе кобальта (б) и инструмент из керамики на основе нитрида бора (в)

**Рисунок 2.2.** Иллюстрация «stop-action» эксперимента: фотография продольного сечения материала, сформировавшегося в непосредственной близости от сварочного инструмента. Пунктирная линия обозначает

примерную границу зоны термомеханического воздействия. Цветные стрелки показывают изменение деформации и температуры; переход от синего цвета к красному соответствует увеличению деформации и/или температуры.

**Рисунок 2.3.** Иллюстрация метода изучения эволюции микроструктуры посредством анализа зоны термомеханического воздействия: фотография поперечного сечения обработанного материала. Пунктирная линия обозначает примерную границу зоны термомеханического воздействия. Цветные стрелки показывают изменение деформации и температуры; переход от синего цвета к красному соответствует увеличению деформации и/или температуры.

**Рисунок 2.4.** Карты EBSD, иллюстрирующие микроструктуру, сформировавшуюся при ОТП латуни Cu-30Zn в зоне термомеханического воздействия: (а) область относительно небольших деформаций, (б) область относительно больших деформаций. Красные, черные и зеленые линии на EBSD картах соответствуют МУГ, БУГ и двойниковым границам  $\Sigma 3$ .

**Рисунок 2.5.** Распределения границ по углам разориентировки, измеренные на основе удельной поверхности границ.

**Рисунок 2.6.** EBSD анализ частично рекристаллизованной микроструктуры, сформировавшейся при ОТП латуни Cu-30Zn: (а) «обычная» EBSD карта, на которой красными, черными и зелеными линиями показаны МУГ, БУГ и двойниковые границы  $\Sigma 3$  соответственно, (б) EBSD карта той же самой микроструктурной области, на которой зерна с постоянной кристаллографической ориентировкой показаны белым цветом, а зерна с непостоянной кристаллографической ориентировкой – серым. Подробности приведены в разделе 2.6.

**Рис. 2.7.** Распределение границ по углам разориентировки (а) и распределение двойниковых границ по отклонениям от идеальной

разориентировки  $\Sigma 3$  (б) для зерен с постоянной и непостоянной внутренней ориентировкой.

**Рисунок 3.1.** Оптический снимок макроструктуры, сформировавшейся в непосредственной близости от сварочного инструмента при ОТП магниевого сплава AZ31 (а). Выделенный участок микроструктуры показан при большем увеличении на рис. (б). Подробности приведены в разделе 3.1.

**Рисунок 3.2.** Панорамная EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру и текстуру, сформировавшиеся перед сварочным инструментом. Зерна на EBSD карте окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления обработки (НО); цветовой код ориентировок показан в левом нижнем углу. Прямые полюсные фигуры (ППФ)  $\{0002\}$  иллюстрируют микротекстуру в различных микроструктурных регионах. Подробности приведены в разделе 3.2.

**Рисунок 3.3.** Панорамная EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру и текстуру, сформировавшиеся позади сварочного инструмента (то есть, в зоне перемешивания). Зерна на EBSD карте окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления обработки; цветовой код ориентировок показан в правом верхнем углу рисунка. Прямые полюсные фигуры (ППФ)  $\{0002\}$  иллюстрируют микротекстуру в характерных областях зоны перемешивания. Подробности приведены в разделе 3.3.

**Рисунок 4.1.** Схема, иллюстрирующая участки, на которых исследовалась текстура (а) и схема деформации при ОТП (б). Возможные поверхности сдвига на рисунке (б) выделены красным.

**Рисунок 4.2.** Идеальные текстуры простого сдвига в ГЦК (а), ОЦК (б) и ГПУ (в) металлах [139]. Ориентировки идеальных компонент текстуры сдвига приведены в Таблицах 4.1 – 4.3. Нормаль к плоскости сдвига и направление сдвига обозначены на рисунках как НПС и НСд соответственно.

**Рисунок 4.3.** Панорамная EBSD карта, полученная с поперечного сечения алюминиевого сплава AA1050, подвергнутого ОТП (а) и ППФ {111} и {110}, иллюстрирующие текстуру в пяти различных областях зоны перемешивания (б). НН, ПН и НО соответствуют направлению нормали, поперечному направлению и направлению обработки. НПС и НСд обозначают нормаль к плоскости сдвига и направление сдвига соответственно. Красные кружки на откорректированных ППФ обозначают ориентировку В/В {112}<110> идеальной текстуры простого сдвига.

**Рисунок 4.4.** ППФ {111} и {110}, иллюстрирующие текстуру в трех различных областях зоны перемешивания в чистой меди. НН, ПН и НО соответствуют направлению нормали, поперечному направлению и направлению обработки. НПС и НСд обозначают нормаль к плоскости сдвига и направление сдвига соответственно. Зеленые и синие кружки на откорректированных ППФ соответствуют ориентациям С {001}<110> и А {111}<110> идеальной текстуры простого сдвига.

**Рисунок 4.5.** ППФ {111} и {110}, иллюстрирующие текстуру в трех различных областях зоны перемешивания в супераустенитной стали S31254. НН, ПН и НО соответствуют направлению нормали, поперечному направлению и направлению обработки. НПС и НСд обозначают нормаль к плоскости сдвига и направление сдвига соответственно. Желтые кружки на откорректированных ППФ обозначают ориентировку А {111}<110> идеальной текстуры простого сдвига.

**Рисунок 4.6.** ППФ {110}, иллюстрирующие текстуру в трех различных областях зоны перемешивания в чистом железе. НН, ПН и НО соответствуют направлению нормали, поперечному направлению и направлению обработки. НПС и НСд обозначают нормаль к плоскости сдвига и направление сдвига соответственно. Треугольники на откорректированных ППФ соответствуют компоненте  $D_2$  идеальной текстуры простого сдвига.



**Рисунок 4.7.** ППФ  $\{110\}$  и  $\{111\}$ , иллюстрирующие текстуру в трех различных областях зоны перемешивания в псевдо  $\beta$  титановом сплаве TIMETAL 15.3. НН, ПН и НО соответствуют направлению нормали, поперечному направлению и направлению обработки. НПС и НСд обозначают нормаль к плоскости сдвига и направление сдвига соответственно. Треугольники на откорректированных ППФ соответствуют компоненте  $D_2$  идеальной текстуры простого сдвига.

**Рисунок 4.8.** ППФ  $\{0002\}$  и  $\{1120\}$ , иллюстрирующие текстуру в трех различных областях зоны перемешивания в магниевом сплаве ZK60. НН, ПН и НО соответствуют направлению нормали, поперечному направлению и направлению обработки. НПС и НСд обозначают нормаль к плоскости сдвига и направление сдвига соответственно. Белые квадратики и пунктирная линия на откорректированных ППФ обозначают ориентировку  $\{0002\}$ - $uvw$ .

**Рисунок 4.9.** ППФ  $\{0002\}$  и  $\{1120\}$ , иллюстрирующие текстуру в трех различных областях зоны перемешивания в технически чистом титане Grade 2. НН, ПН и НО соответствуют направлению нормали, поперечному направлению и направлению обработки. НПС и НСд обозначают нормаль к плоскости сдвига и направление сдвига соответственно. Белые кружки на откорректированных ППФ обозначают ориентировку  $P_1 \{1100\}$ - $1120$ .

**Рисунок 4.10.** ППФ  $\{0002\}$  и  $\{1120\}$ , иллюстрирующие текстуру в центральной части зоны перемешивания циркониевого сплава Zircaloy-4. НН и ПН соответствуют направлению нормали и поперечному направлению. Подробности приведены в разделе 4.6.

**Рисунок 4.11.** Оптическая фотография макроструктуры, сформировавшейся около сварочного инструмента при ОТП алюминиевого сплава AA6016 (а) и ППФ  $\{100\}$  и  $\{111\}$ , иллюстрирующие текстуру в двух областях зоны обработки: непосредственно около инструмента (регион 1) и на расстоянии 12 мм от него (регион 2).

**Рисунок 4.12.** Функции распределения ориентировок (ФРО) текстуры простого сдвига в регионе 1 и текстуры рекристаллизации в регионе 2 в трехмерном пространстве углов Эйлера ( $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2$ ). ФРО на рисунке представлены в виде серий двумерных сечений ( $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ) трехмерного пространства углов Эйлера; подпись под каждым из сечений соответствует значению угла  $\varphi_2$ .

**Рисунок 5.1.** Поперечное сечение ОТП-зоны в чистом железе.

**Рисунок 5.2.** Панорамная EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру в зоне термомеханического влияния в чистом железе (а); выделенные области карты показаны при большем увеличении на рисунках (б), (в) и (г). Варьирование цвета на карте соответствует изменению кристаллографической ориентировки кристаллитов относительно направления обработки; цветовой код ориентировок приведен в правом нижнем углу рисунка. МУГ и БУГ обозначены светлыми и темными линиями, соответственно.

**Рисунок 5.3.** Распределение углов наклона следов плоскостей залегания границ деформационного происхождения на рисунке 5.2а по отношению к направлению нормали (НН). Подробности приведены в разделе 5.2.1.

**Рисунок 5.4.** Кристаллографическая ориентировка МУГ: EBSD карты, иллюстрирующие выравнивание МУГ со следами плоскостей скольжения  $\{110\}$  и  $\{112\}$  вдали от зоны перемешивания (а) и поблизости от неё (б), а также распределение углов отклонения между МУГ и ближайшими плоскостями  $\{110\}$  и  $\{112\}$  (в). **Примечание:** красные и темные линии на рисунках (а) и (б) обозначают МУГ и БУГ соответственно; пунктирные линии обозначают следы плоскостей скольжения  $\{110\}$  и  $\{112\}$ .

**Рисунок 5.5.** EBSD карты, иллюстрирующие зеренную структуру в трех различных областях зоны перемешивания. МУГ и БУГ на картах обозначены красными и темными линиями соответственно. В верхних

правых углах карт показаны высокоразрешающие изображения микроструктуры, полученные с шагом сканирования 0,1 мкм.

**Рисунок 5.6.** Распределения границ по углам разориентировки для микроструктур, показанных на Рис. 5.5: измеренные экспериментально (а), вычисленные на основе текстурных данных (б).

**Рисунок 5.7.** Сравнение экспериментального и некоррелированного распределений границ по углам разориентировки для микроструктуры на стороне RS (а), в центре (б) и на стороне AS (в) зоны перемешивания.

**Рисунок 6.1.** Схема, иллюстрирующая измерение температуры в ходе ОТП технически чистого алюминия (а), и влияние скорости вращения сварочного инструмента на максимальную температуру ОТП (б). Примечание: TC1, TC2 и TC3 соответствуют термопарам №№ 1, 2 и 3.

**Рисунок 6.2.** Фрагменты EBSD карт, иллюстрирующие микроструктуру в зоне перемешивания, сформировавшуюся в результате обработки при температуре 0,44  $T_m$  (а), 0,51  $T_m$  (б), 0,66  $T_m$  (в) и 0,78  $T_m$  (г). Примечание: зерна на EBSD картах окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления обработки (цветовой код ориентировок приведен в правом нижнем углу рисунка), МУГ и БУГ обозначены белыми и темными линиями, соответственно.

**Рисунок 6.3.** Влияние температуры обработки на средний размер зерен (а) и долю БУГ (б) в зоне перемешивания. На рис. (а) погрешность соответствует среднеквадратичному отклонению.

**Рис. 6.4.** EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру в зоне термомеханического влияния, сформировавшуюся при низкой температуре обработки (а), с выделенными участками, показанными при большем увеличении на рис. (б), (в) и (г). МУГ и БУГ на рисунке обозначены белыми и темными линиями, соответственно. Для простоты, только БУГ показаны на рис. (а).

**Рис. 6.5.** EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру в зоне термомеханического влияния, сформировавшуюся при высокой температуре (а), с выделенными участками, показанными при большем увеличении на рис. (б), (в) и (г). МУГ и БУГ на рисунке обозначены белыми и темными линиями, соответственно.

**Рисунок 6.6.** ППФ (111) и (110), иллюстрирующие текстуру в центральной части зоны перемешивания, сформировавшуюся при температуре ОТП  $0,44 T_m$  (а),  $0,51 T_m$  (б),  $0,66 T_m$  (в) и  $0,78 T_m$  (г). Примечание: НПС и НСд соответствуют направлению нормали к плоскости сдвига и направлению сдвига.

**Рисунок 6.7.** Влияние температуры обработки на профиль микротвердости (а) и анализ соответствия между средним размером зерен и средней микротвердостью в зоне перемешивания в рамках соотношения Холла-Петча (б). Погрешность на рис. (б) соответствует среднеквадратичному отклонению.

**Рисунок 7.1.** Поперечное сечение деформационной зоны образовавшейся в ходе ОТП супераустенитной стали S 31254. Пунктирные линии на рисунке обозначают контур сварочного инструмента.

**Рисунок 7.2.** Панорамная EBSD-карта, иллюстрирующая микроструктуру в зоне термомеханического влияния, образовавшейся при ОТП супераустенитной стали S31254 (а); выделенные области карты показаны при большем увеличении на рисунках (б), (в) и (г). МУГ, БУГ и двойниковые границы  $\Sigma 3$  обозначены красными, черными и зелеными линиями соответственно.

**Рисунок 7.3.** Распределения границ по углам разориентировки (а) и распределения отклонений разориентировки на двойниковых границах от  $\Sigma 3$  (б) для различных микроструктурных регионов на рисунке 7.2а.

**Рисунок 7.4.** Фрагмент EBSD-карты, иллюстрирующая типичную микроструктуру в зоне перемешивания. МУГ, БУГ и двойниковые границы  $\Sigma 3$  обозначены красными, черными и зелеными линиями соответственно.

**Рисунок 7.5.** Разделение типичной микроструктуры в зоне перемешивания на рекристаллизованную и деформированную составляющие посредством EBSD. На приведенном фрагменте EBSD-карты белым/серым цветом обозначены зерна, в которых среднее варьирование кристаллографической ориентировки составляло менее/более  $2^\circ$ . МУГ, БУГ и двойниковые границы  $\Sigma 3$  обозначены красными, черными и зелеными линиями соответственно.

**Рисунок 7.6.** Сопоставление параметров рекристаллизованной и деформированной составляющих микроструктуры в зоне перемешивания: распределения границ по углам разориентировки (а), отклонения разориентировки на двойниковых границах от  $\Sigma 3$  (б) и распределения зерен по размерам (в).

**Рисунок 7.7.** ППФ  $\{111\}$  и  $\{110\}$ , иллюстрирующие типичную текстуру в рекристаллизованной (а) и деформированной (б) составляющих микроструктуры. НПС и НСд соответствуют нормали к плоскости сдвига и направлению сдвига.

**Рисунок 8.1.** Схема, иллюстрирующая измерение температуры в ходе ОТП сплава Cu-30Zn (а), и влияние скорости вращения сварочного инструмента на максимальную температуру ОТП (б). Примечание: TC1, TC2 и TC2 соответствуют термопарам №№ 1, 2 и 3.

**Рисунок 8.2.** Фрагменты EBSD карт, иллюстрирующие микроструктуру в зоне перемешивания, сформировавшуюся в результате обработки при температуре  $0,46 T_m$  (а),  $0,61 T_m$  (б),  $0,70 T_m$  (в) и  $0,80 T_m$  (г). Примечание: цветовой код границ разориентации приведен в правом нижнем углу рисунка.

**Рисунок 8.3.** Влияние температуры обработки на средний размер зерен (а) и долю МУГ и границ двойников отжига  $\Sigma 3$  (б) в зоне перемешивания. На рис. (а) погрешность соответствует среднеквадратичному отклонению.

**Рисунок 8.4.** Низкоразрешающие EBSD карты, иллюстрирующие микроструктурные изменения в зоне термомеханического влияния в материале, обработанном при низкой температуре: исходный материал (а), 2 мм от зоны перемешивания (б), 1 мм от зоны перемешивания (в), 0,5 мм от зоны перемешивания (г), в непосредственной близости от зоны перемешивания (г). Примечание: МУГ и БУГ и границы двойников  $\Sigma 3$  обозначены, соответственно, красными, черными и зелеными линиями.

**Рисунок 8.5.** Высокоразрешающие EBSD карты, иллюстрирующие примеры механического двойникования (а), формирования серий границ деформационного происхождения (б), образования зернограничных языков (в), формирования рекристаллизационных зародышей (г) и образования структуры ожерелья (д). Примечание: МУГ и БУГ и границы двойников  $\Sigma 3$  обозначены, соответственно, красными, черными и зелеными линиями. Пояснения к рисунку приведены в разделе 8.2.

**Рисунок 8.6.** EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру в зоне термомеханического влияния, сформировавшуюся в материале, обработанном при высокой температуре (а), с выделенными участками, показанными при большем увеличении на рис. (б), (в), (г), (д) и (е). На рис. (а) зерна окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления нормали; цветовой код ориентировок приведен в правом нижнем углу рисунка. На рис. (б)-(д), МУГ, БУГ и двойниковые границы  $\Sigma 3$  обозначены красными, темными и зелеными линиями, соответственно. Подробности приведены в разделе 8.3.

**Рисунок 8.7.** ППФ (111) и (110), иллюстрирующие текстуру в центральной части зоны перемешивания, сформировавшуюся при температуре  $0,46T_m$  (а),  $0,70T_m$  (б),  $0,78T_m$  (в) и  $0,80T_m$  (г). Примечание: НПС и НСд соответствуют направлению нормали к плоскости сдвига и направлению сдвига. На рис. (в), треугольниками обозначены ориентировки  $A/A \{111\} \langle 110 \rangle$ .

**Рисунок 8.8.** Влияние температуры обработки на профиль микротвердости (а) и анализ соответствия между средним размером зерен и средней микротвердостью в зоне перемешивания в рамках соотношения Холла-Петча (б). Погрешность на рис. (б) соответствует среднеквадратичному отклонению. Подробности приведены в разделе 8.5.

**Рисунок 9.1.** Схема, иллюстрирующая измерение температуры в ходе ОТП технически чистой меди (а), и влияние скорости вращения сварочного инструмента на максимальную температуру ОТП (б). Примечание: ТС1, ТС2 и ТС3 на рис. (а) соответствуют термопарам №№ 1, 2 и 3.

**Рисунок 9.2.** Фрагменты EBSD карт, иллюстрирующие микроструктуру в зоне перемешивания, сформировавшуюся в результате обработки при температуре  $0,33T_m$  (а),  $0,43T_m$  (б),  $0,47T_m$  (в),  $0,50T_m$  (г),  $0,68T_m$  и  $0,72T_m$ . Примечание: МУГ, БУГ и границы двойников  $\Sigma 3$  обозначены красными, черными и зелеными линиями, соответственно. Система координат для всех карт приведена в правом нижнем углу рис. (а).

**Рисунок 9.3.** Влияние температуры обработки на средний размер зерен (а) и долю МУГ и границ двойников отжига  $\Sigma 3$  (б) в зоне перемешивания. На рис. (а) погрешность соответствует среднеквадратичному отклонению.

**Рисунок 9.4.** EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру в зоне термомеханического влияния, сформировавшуюся в материале, обработанном при низкой температуре (а), с выделенными участками, показанными при большем увеличении на рис. (б), (в), (г), (д), (е) и (ж). На рис. (а) зерна окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления нормали; цветовой код ориентировок приведен в правом нижнем углу рисунка. На рис. (б)-(ж), МУГ, БУГ и двойниковые границы  $\Sigma 3$  обозначены красными, темными и зелеными линиями, соответственно. Подробности приведены в разделе 9.2.

**Рисунок 9.5.** Разделение микроструктуры в зоне перемешивания на рекристаллизованную и деформированную составляющие посредством



EBSD. На приведенном фрагменте EBSD-карты белым/серым цветом обозначены зерна, в которых среднее варьирование кристаллографической ориентировки составляло менее/более  $2^\circ$ . МУГ, БУГ и двойниковые границы  $\Sigma 3$  на EBSD карте обозначены красными, черными и зелеными линиями, соответственно. Подробности приведены в разделе 9.2.

**Рисунок 9.6.** Оптическая фотография, иллюстрирующая продольное сечение образца после «stop action» эксперимента при температуре обработки  $0,61T_m$ . Прямоугольники соответствуют EBSD картам, приведенным на Рис. 9.7 и 9.8. Подробности приведены в разделе 9.3.

**Рисунок 9.7.** EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру в деформационной зоне, образовавшейся *перед* сварочным инструментом при высокотемпературной обработке в ходе «stop action» эксперимента (а), с выделенными участками, показанными при большем увеличении на рис. (б), (в), (г) и (д). На рис. (а) зерна окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления нормали; цветовой код ориентировок приведен в правом верхнем углу рисунка. На рис. (б)-(д), МУГ, БУГ и двойниковые границы  $\Sigma 3$  обозначены красными, темными и зелеными линиями, соответственно. Подробности изложены в разделе 9.3.1.

**Рисунок 9.8.** Фрагменты EBSD карт, иллюстрирующих микроструктуры, сформировавшиеся на различных расстояниях *позади* сварочного инструмента при высокотемпературной обработке в ходе «stop action» эксперимента: в непосредственной близости от инструмента (а), на расстоянии 1 мм (б), на расстоянии 4,4 мм (в) и на расстоянии 14,5 мм (г). На EBSD картах МУГ, БУГ и двойниковые границы  $\Sigma 3$  обозначены красными, темными и зелеными линиями, соответственно. Подробности изложены в разделе 9.3.2.

**Рисунок 9.9.** Изменение среднего размера зерен (а), доли МУГ и двойниковых границ  $\Sigma 3$  (б), а также микротвердости (в) в зависимости от

расстояния позади сварочного инструмента при высокотемпературной обработке в ходе «stop action» эксперимента. Подробности изложены в разделе 9.3.2.

**Рисунок 9.10.** ППФ (111) и (110), иллюстрирующие текстуру в центральной части зоны перемешивания, сформировавшуюся при температуре ОТП  $0,33T_m$  (а),  $0,43T_m$  (б),  $0,61T_m$  (в) и  $0,72T_m$  (г). Примечание: НПС и НСд соответствуют направлению нормали к плоскости сдвига и направлению сдвига. На рис. (б), треугольниками обозначены ориентировки  $A/A \{111\} \langle 110 \rangle$ .

**Рисунок 9.11.** Влияние температуры обработки на профиль микротвердости (а) и анализ соответствия между средним размером зерен и средней микротвердостью в зоне перемешивания в рамках соотношения Холла-Петча (б). Погрешность на рис. (б) соответствует среднеквадратичному отклонению.

**Рисунок 10.1.** Влияние скорости вращения сварочного инструмента на максимальную температуру (а) и вертикальное усилие инструмента (б) в ходе ОТП магниевого сплава AZ31.

**Рисунок 10.2.** Оптические фотографии поперечных сечений ОТП зон, полученных при скорости вращения сварочного инструмента (а) 300 об/мин ( $0,56 T_m$ ), (б) 1000 об/мин ( $0,87 T_m$ ), (в) 2000 об/мин ( $0,91 T_m$ ) и 3000 об/мин ( $0,88 T_m$ ). Пунктирные линии на рис. (а) обозначают контур сварочного инструмента. Во всех случаях сторона RS находится слева, а сторона AS – справа.

**Рисунок 10.3.** EBSD карты, иллюстрирующие распределение текстуры внутри ОТП зон, полученных при различной скорости вращения сварочного инструмента. На данных картах зерна окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления нормали (цветовой код ориентировок приведен в правом верхнем углу рисунка). Во всех случаях сторона RS находится слева, а сторона AS – справа.

**Рисунок 10.4.** Фрагменты EBSD карт, иллюстрирующие микроструктуру в зоне перемешивания, сформировавшуюся в результате ОТП при скорости вращения инструмента (а) 300 об/мин ( $0,56 T_m$ ), (б) 1000 об/мин ( $0,87 T_m$ ), (в) 2000 об/мин ( $0,91 T_m$ ) и (г) 3000 об/мин ( $0,88 T_m$ ). Примечание: зерна на EBSD картах окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления обработки; цветовой код ориентировок приведен в правом нижнем углу рис. (а), МУГ и БУГ обозначены белыми и темными линиями, соответственно.

**Рисунок 10.5.** Влияние температуры обработки на (а) средний размер зерен и субзерен, (б) максимальную интенсивность на ППФ (0002) и (в) долю БУГ.

**Рисунок 10.6.** ППФ {0002} и {1120}, иллюстрирующие текстуру в центральной части зоны перемешивания, сформировавшуюся при скорости вращения инструмента (а) 300 об/мин ( $0,56 T_m$ ), (б) 1000 об/мин ( $0,87 T_m$ ), (в) 2000 об/мин ( $0,91 T_m$ ) и (г) 3000 об/мин ( $0,88 T_m$ ).

**Рисунок 10.7.** Типичный спектр разориентировок в зоне перемешивания: (а) распределение границ по углам и (б) осям разориентировки.

**Рисунок 10.8.** Эволюция микроструктуры при высокой температуре обработки: (а) EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру, сформировавшуюся впереди сварочного инструмента в ходе «stop-action» эксперимента, с выделенными участками, показанными при большем увеличении на рис. (б)-(г). На EBSD карте зерна окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления обработки; МУГ и БУГ обозначены белыми и темными линиями, соответственно. Подробности приведены в разделе 10.3.1.

**Рисунок 10.9.** Эволюция спектра разориентировок впереди сварочного инструмента при относительно высокой температуре обработки. Подробности приведены в разделе 10.3.1.

**Рисунок 10.10.** ППФ {0002} и {1120}, иллюстрирующие эволюцию текстуры впереди сварочного инструмента при относительно высокой температуре обработки: (а) исходный материал, (б) Регион 1, (в) Регион 2 и (г) Регион 3. Подробности приведены в разделе 10.3.1.

**Рисунок 10.11.** Эволюция микроструктуры при высокой температуре обработки: (а) EBSD карта, иллюстрирующая микроструктуру, сформировавшуюся позади сварочного инструмента в ходе «stop-action» эксперимента, с выделенными участками, показывающими микроструктуру на различных дистанциях от отпечатка сварочного инструмента: (б) в непосредственной близости от отпечатка, (б) 2 мм от отпечатка, (в) 5 мм от отпечатка и (г) 8 мм от отпечатка. На EBSD карте зерна окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно направления обработки; на рис. (б) - (д) МУГ и БУГ обозначены белыми и темными линиями, соответственно.

**Рисунок 10.12.** ППФ {0002} и {1120}, иллюстрирующие изменения текстуры позади сварочного инструмента при относительно высокой температуре обработки: (а) текстура в непосредственной близости от инструмента, (б) 2 мм позади инструмента, (в) 5 мм позади инструмента и (г) 7 мм позади инструмента.

**Рисунок 10.13.** Изменение (а) среднего размера зерен и субзерен, (б) доли БУГ и (в) максимальной интенсивности на ППФ (0002) в зависимости от расстояния позади инструмента при высокотемпературной обработке в ходе «stop action» эксперимента. Примечание: красная пунктирная линия соответствует расстоянию, пройденному инструментом в ходе торможения.

**Рисунок 10.14.** Эволюция микроструктуры при низкой температуре обработки: (а) оптическая фотография, иллюстрирующая микроструктуру, сформировавшуюся впереди сварочного инструмента в ходе «stop-action» эксперимента, и EBSD карты, иллюстрирующие микроструктуры в характерных областях: (б) Регион 1, (в) Регион 2, (в) Регион 3 и (г) Регионы 4 и 5. На EBSD картах зерна окрашены в соответствии с их

кристаллографической ориентировкой относительно направления обработки; МУГ и БУГ обозначены белыми и темными линиями, соответственно. Подробности приведены в разделе 10.4.

**Рисунок 10.15.** Эволюция спектра разориентировок впереди сварочного инструмента при относительно низкой температуре обработки. Подробности приведены в разделе 10.4.

**Рисунок 10.16.** ППФ  $\{0002\}$  и  $\{1120\}$ , иллюстрирующие эволюцию текстуры впереди сварочного инструмента при относительно низкой температуре обработки: (а) Регион 1, (б) Регион 2, (в) Регион 3, (г) Регион 4 и (д) Регион 5. Подробности приведены в разделе 10.4.

**Рисунок. 11.1.** Типичная микроструктура в зоне перемешивания при ОТП титанового сплава Ti-6Al-4V.

**Рисунок 11.2.** EBSD-карта (а) с выделенным участком, показанным при большем увеличении (б) и сопоставление кристаллографической ориентировки  $\beta$  фазы и 7 смежных  $\alpha$  частиц. Подробности приведены в разделе 11.1.2

**Рисунок 11.3.** Спектр разориентировок в  $\alpha$  фазе: распределения границ по углам (а) и осям (б) разориентировки. Подробности приведены в разделе 11.1.3.

**Рисунок 11.4.** Реконструированная зеренная структура высокотемпературной  $\beta$  фазы в зоне перемешивания (а) с выделенными областями, показанными при большем увеличении (б-г). Примечание: черные кластеры соответствуют остаточной  $\beta$  фазе. Подробности приведены в разделе 11.2.3.

**Рисунок 11.5.** Прямые полюсные фигуры, построенные на основе текстурного анализа в остаточной  $\beta$  фазе (а) и  $\alpha$  фазе (б). Белые треугольники соответствуют ориентировке  $D_2$   $(112)[111]$  идеальной текстуры простого сдвига в решетке ОЦК. Подробности приведены в разделе 11.3. НПС и НСд обозначают нормаль к плоскости сдвига и направление сдвига соответственно.

**Рисунок 12.1.** Макроструктура, сформировавшаяся после обработки феррито-мартенситной стали DP 590 (а) и распределение микротвердости в зоне обработки (б).

**Рисунок 12.2.** Микроструктура в различных областях ОТП зоны в феррито-мартенситной стали DP590: исходный материал (а), зона 1 (б), зона 2 (в), зона 3 (г). Примечание: увеличенные изображения микроструктуры показаны в правых верхних углах соответствующих рисунков.

**Рисунок 12.3.** Текстура феррита в исходном материале (а) и в зоне 1 (б). В обоих случаях текстура представлена двумерным сечением ( $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ) функции распределения ориентировок в трехмерном пространстве углов Эйлера при значении угла  $\varphi_2=45^\circ$ . На рисунке (а) обозначены проекции аксиальных текстур типа  $\{111\}\langle uvw \rangle$  и  $\{hkl\}\langle 110 \rangle$ .

**Рисунок 12.4.** Идеальные прямые полюсные фигуры  $\{100\}$ , иллюстрирующие ориентировку различных кристаллографических вариантов мартенсита, формирующихся внутри одного и того же исходного аустенитного зерна при ориентационном соотношении Курдюмова-Закса [207] (а) и Нишиямы-Вассермана [208] (б). Примечание: цифровые обозначения на полюсных фигурах соответствуют номерам кристаллографических вариантов.

**Рисунок 12.5.** EBSD-карты микроструктуры в зоне 1 (а) и в зоне 2 (б). Выделенные участки на обоих рисунках предположительно соответствуют индивидуальным исходным аустенитным зернам. Ориентационные данные, полученные с этих областей, даны в виде прямых полюсных фигур на Рис. 12.6.

**Рисунок 12.6.** Типичные экспериментальные ППФ  $\{100\}$ , полученные с индивидуальных исходных аустенитных зерен в зоне 1 (а) и в зоне 2 (б). Красные и синие кружки соответствуют кристаллографическим вариантам ориентационного соотношения Курдюмова-Закса (К-3) и Нишиямы-

Вассермана (Н-В). Примечание: полюсные фигуры были надлежащим образом развернуты для сравнения с идеальными ППФ на рисунке 12.3.

**Рисунок 12.7.** ППФ {110}, полученные с мартенситной фазы, но иллюстрирующие текстуру в аустенитной фазе в зоне 2 (а) и в зоне 3 (б). Подробности приведены в разделе 12.3. НПС и НСд обозначают нормаль к плоскости сдвига и направление сдвига соответственно.

**Рисунок 12.8.** EBSD карта, иллюстрирующая зеренную структуру мартенсита (а) и реконструированную зеренную структуру аустенита (б) в зонах 2 и 3. Подробности приведены в разделе 12.4.

**Рисунок 12.9.** EPMA-карты, иллюстрирующие распределение кремния, кислорода, азота и марганца в зонах 2 и 3. Подробности приведены в разделе 12.5.

**Рисунок 13.1.** Влияние температуры и времени отжига на рост зерен в алюминиевом сплаве AA 5052, подвергнутом ОТП. Примечание: на всех снимках сторона RS расположена слева, а AS – справа. Подробности приведены в разделе 13.2.

**Рисунок 13.2.** Панорамная EBSD карта, охватывающее все поперечное сечение зоны обработки. Варьирование цвета на карте соответствует изменению кристаллографической ориентировки кристаллитов относительно направления сварки; цветовой код ориентировок приведен в правом нижнем углу рисунка.

**Рисунок 13.3.** Панорамные EBSD карты, иллюстрирующие пространственное распределение МУГ (а) и БУГ (б) внутри зоны обработки, а также схема, иллюстрирующая характерные микроструктурные регионы (в). На рисунке (в) ЗТМВ соответствует зоне термомеханического влияния.

**Рисунок 13.4.** Частицы вторичных фаз, выявленные в зоне обработки: типичная картина (а), мелкозернистая область в нижней части шва (б) (выделена эллипсом на Рис. 13.1).

**Рисунок 14.1.** Влияние температуры и времени отжига на микроструктуру алюминиевого сплава AA1050, подвергнутого ОТП.



Примечание: во всех случаях сторона RS находится слева, а сторона AS – справа.

**Рисунок 14.2.** Схема поперечного сечения зоны обработки (а), и интегральные ППФ  $\{111\}$  и  $\{110\}$ , иллюстрирующие текстуру в различных участках зоны перемешивания (б). Примечание: НПС и НСд соответствуют нормали к плоскости сдвига и направлению сдвига. Подробности приведены в разделе 14.2