

Microstructure of ultrafine-grained Ti-40 wt.% Nb alloy after annealing

A. Yu. Eroshenko¹, Yu. P. Sharkeev^{1,2}, M. A. Khimich^{†,1,3}, I. A. Glukhov¹, P. V. Uvarkin¹,
A. I. Tolmachev¹, A. M. Mairambekova^{1,3}

[†]khimich@ispms.tsc.ru

¹Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, 2/4 Alademicheskii Av., Tomsk, 634055, Russia

²National Research Tomsk Polytechnic University, 30 Lenin Av., Tomsk, 634050, Russia

³National Research Tomsk State University, 36 Lenin Av., Tomsk, 634050, Russia

The results of studies on the evolution of the microstructure and phase composition of ultrafine-grained Ti-40 wt.% Nb alloy during annealing in the temperature range of 673–1073 K are presented. The ultrafine-grained structure in the Ti-40 wt.% Nb alloy was formed by a combined severe plastic deformation (SPD) method, which includes three-cycled *abc*-forging with a sequential temperature decrement in the range of 773–673 K, multi-pass rolling in grooved rollers at room temperature, and subsequent recrystallization annealing at 573 K. After SPD, the Ti-40 wt.% Nb alloy had a microstructure represented by the β -phase subgrains with ellipsoidal particles of the ω -phase localized in the bulk of the β -grains, and the α -phase subgrains. The average size of structural elements (grains, subgrains and fragments) was 0.28 μm . After annealing in the range of 673–873 K, the microstructure consisted of the dispersion-strengthened ω -phase, β -subgrains and α -subgrains, similarly to the initial UFG state. At the same time, a redistribution of the volume fraction of the α -phase occurred. In the range of 773–973 K, the transformation of the ultrafine-grained ($\beta + \alpha + \omega$)-structure into a fine-grained structure consisting of β - and ω -phases with phase transformation according to the $\alpha \rightarrow \beta$ scheme was observed. At temperatures above 973 K, active recrystallization occurred, which was accompanied by the rapid growth of a dispersive-strengthened β -phase grain size. This was also accompanied by the transformation of the alloy into a coarse-grained state and a significant decrease of microhardness. Change in the concentration of niobium in the range of 40–45 wt.% for the titanium-niobium alloy in the ultrafine-grained state does not have a significant effect on the structural-phase transformations during annealing.

Keywords: Ti-40 wt.% Nb alloy, ultrafine-grained structure, microhardness, phase composition.

УДК: 539.4; 539.25

Микроструктура ультрамелкозернистого сплава Ti-40 мас.% Nb после отжига

Ерошенко А. Ю.¹, Шаркеев Ю. П.^{1,2}, Химич М. А.^{†,1,3}, Глухов И. А.¹, Уваркин П. В.¹,
Толмачев А. И.¹, Майрамбекова А. М.^{1,3}

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, пр. Академический, 2/4, Томск, 634055, Россия

²Национальный исследовательский Томский политехнический университет, пр. Ленина, 30, Томск, 634050, Россия

³Национальный исследовательский Томский государственный университет, пр. Ленина, 36, Томск, 634050, Россия

Представлены результаты исследования эволюции микроструктуры и фазового состава сплава Ti-40 мас.% Nb в ультрамелкозернистом состоянии при отжигах в диапазоне температур 673–1073 К. Ультрамелкозернистое состояние в сплаве Ti-40 мас.% Nb сформировано комбинированным методом интенсивной пластической деформации (ИПД), который сочетал в себе трехцикловую *abc*-ковку при последовательном понижении температуры в интервале 773–673 К, многоходовую прокатку в ручьевых валках при комнатной температуре и последующий дорекристаллизационный отжиг при 573 К. После ИПД сплав Ti-40 мас.% Nb имеет микроструктуру, представленную субзернами β -фазы, в объеме которых локализованы эллипсоидные частицы ω -фазы, и также

субзернами α -фазы. Средний размер структурных элементов (зерна, субзерна и фрагменты) составил 0.28 мкм. После отжига в интервале 673–873 К микроструктура сплава состоит из дисперсно-упрочненных ω -фазой β -субзерен и α -субзерен, как для исходного УМЗ состояния. При этом имеет место перераспределение объемной доли α -фазы. В интервале 773–973 К наблюдается трансформация ультрамелкозернистой ($\beta + \alpha + \omega$)-структуры в мелкозернистую структуру, состоящую из β - и ω -фаз с фазовым превращением по схеме $\alpha \rightarrow \beta$. При температурах выше 973 К происходит активная рекристаллизация, сопровождающаяся быстрым ростом размера зерна дисперсноупрочненной β -фазы, переходом сплава в крупнокристаллическое состояние и значительным падением уровня микротвердости. Изменение концентрации ниобия в интервале 40 и 45 мас.% для титан-ниобиевого сплава в ультрамелкозернистом состоянии не оказывает существенного влияния на структурно-фазовые превращения при отжигах.

Ключевые слова: сплав Ti-40 мас.% Nb, ультрамелкозернистая структура, микротвердость, фазовый состав.

1. Введение

Наиболее широко распространенными материалами для медицинских имплантатов являются «чистый» α -титан (BT1-0, Grade 1,2,3,4), титановые β -сплавы (Ti-6Al-4V, Ti-6Al-7Nb, Ti-6Al-2.5Fe) и псевдо β -титановые сплавы (Ti-15Mo-5Zr-3Al, Ti-15Mo) [1–3]. В настоящее время одним из главных недостатков металлических имплантатов, применяемых в медицине, является различие в упругих характеристиках костной ткани и материала имплантата, что приводит к неравномерному распределению деформаций и напряжений на границе «кость-имплантат» и увеличивает риск разрушения кости в местах жесткого крепления имплантата. Модуль упругости титана и его сплавов находится в пределах 100–120 ГПа, что значительно выше модуля упругости костной ткани [2]. Поэтому особый интерес для медицины представляют β -титановые сплавы, имеющие более низкий модуль упругости [1,2]. Сплавы системы Ti-Nb при концентрациях ниобия в интервале 40–45 мас.% за счет стабилизации ниобием β -фазы с ОЦК кристаллической решеткой имеют минимальный модуль упругости — 60 ГПа [3], что уже сопоставимо с модулем упругости кортикальной кости (30 ГПа) [4].

Отметим, что преимуществом сплавов системы Ti-Nb является отсутствие токсичного воздействия на организм. Однако, сплавы Ti-Nb при содержании ниобия до 40–45 мас.% имеют пониженные механические свойства [5]. Так у сплава Ti-40 мас.% Nb предел текучести составляет 340 МПа и предел прочности — 480 МПа [6], что ниже уровня механических свойств среднепрочных титановых сплавов медицинского применения. Создание наноразмерной и/или ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры в сплавах за счет деформационных обработок, в том числе методами интенсивной пластической деформации (ИПД) [7–12], позволяет обеспечить значительное повышение конструкционной прочности материала без дополнительного легирования и решить проблему повышения механических свойств. При этом важным вопросом является стабильность структурно-фазового состояния и механических свойств УМЗ титан-ниобиевых сплавов с содержанием ниобия в интервале 40–45 мас.% в широком интервале температур [13]. Данные по влиянию отжига на микроструктуру и механические свойства сплава Ti-45 мас.% Nb были приведены в работе [14]. Представляется важным

и исследование влияния отжига на структурно-фазовые превращения в сплаве Ti-Nb с концентрацией ниобия, равной 40 мас.% Nb, при которой сплав имеет также более низкий модуль упругости.

Целью работы являлось выявление влияния отжига в интервале температур 673–1073 К на структурно-фазовые превращения сплава Ti-40 мас.% Nb в УМЗ состоянии.

2. Материалы и методы

В качестве материала исследования использовался сплав Ti-40 мас.% Nb в УМЗ состоянии. Заготовки сплава в литом состоянии перед ИПД отжигали при температуре 1373 К в течение 1 часа в аргоне с последующей закалкой в воду. В результате закалки в сплаве была сформирована мартенситная α'' -фаза [10], которая в результате пластической деформации трансформируется в стабильную β -фазу (твердый раствор на основе титана и/или ниобия) и α -фазу титана.

УМЗ состояние в сплаве было сформировано комбинированным методом ИПД, который включал на первом этапе трехцикловую *abc*-ковку и на втором этапе — многоходовую прокатку в ручьевых валках с последующим дорекристаллизационным отжигом [10,11]. Температуру заготовки после каждого цикла прессования ступенчато понижали в интервале 773–673 К. При этом каждый цикл состоял из трехкратного прессования при заданной температуре. После каждого прессования заготовку поворачивали на 90° вокруг продольной оси, перпендикулярной направлению предыдущего прессования. Величина относительной деформации заготовки при каждом прессовании составляла 40–50%. На втором этапе заготовки деформировали многоходовой прокаткой при комнатной температуре до суммарной степени деформации 85%. Для снижения остаточных внутренних напряжений и повышения пластичности после прокатки заготовки в виде прутков с размерами (6×6×400) мм подвергали одночасовому отжигу в среде аргона при температуре 573 К.

Исследования структурно-фазового состояния проводили методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на микроскопе JEOL JEM 2100 и рентгеноструктурного анализа (РСА) в $\text{Co}_{\text{K}\alpha}$ -излучении (дифрактометр ДРОН-7). Измерения микротвердости проводили на микротвердомере

Duramin 5. Определение объемных долей фаз проводили по стандартной методике [15]. Средний размер элементов структуры (зерна, субзерна, фрагменты) рассчитывали методом секущей [16]. Микроструктурные и рентгеноструктурные исследования, измерение микротвердости проводили для поперечного сечения прутка.

Образцы сплава в УМЗ состоянии отжигали при температурах 673, 773, 873, 973 и 1073 К в течение одного часа в аргоне с последующим охлаждением в печи. В результате отжигов в образцах сплава Ti-40 мас.% Nb были сформированы УМЗ, мелкозернистое (МЗ) и крупнокристаллическое (КК) состояния, которые классифицировали по размеру элементов структуры (не разделяя на зерна, субзерна и фрагменты) согласно [17].

3. Результаты и обсуждения

В результате применения комбинированного метода ИПД в сплаве было сформировано УМЗ состояние, однородное по объему заготовок со средним размером элементов структуры 0.28 ± 0.1 мкм. На светопольном изображении (Рис. 1) отчетливо видны субзерна и фрагменты, наблюдаются контура экстинкции. Структура сплава в УМЗ состоянии неравновесна, границы зерен и субзерен «размыты». Структура представлена матричными субзернами β -фазы с размерами 0.1–0.6 мкм и более мелкими наносубзернами α -фазы с размерами 0.015–0.05 мкм, которые локализованы в стыках и на границах зерен β -фазы. Рефлексы на микродифракционной картине расположены по окружностям (Рис. 1, вклейка), что указывает на значительное измельчение исходной структуры и также на присутствие высокоугловых границ зерен.

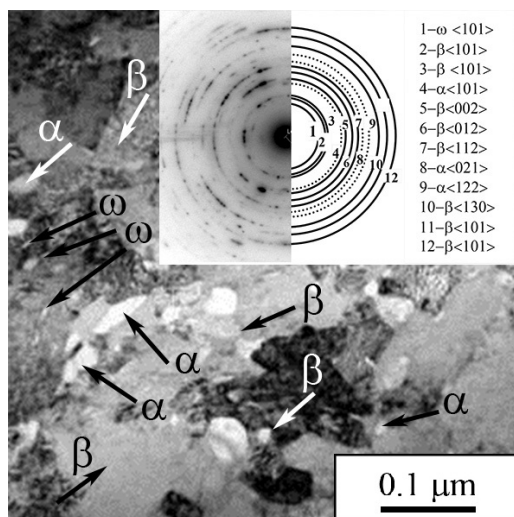


Рис. 1. Электронно-микроскопическое светопольное изображение с соответствующей микродифракцией УМЗ сплава Ti-40 мас.% Nb. Стрелками показаны α -, β - и ω -фазы.

Fig. 1. Electron microscope light-field image with corresponding microdiffraction pattern of Ti-40 wt.% Nb UFG alloy. α -, β - and ω -phases are indicated with arrows.

В результате идентификации микродифракционных картин были выявлены рефлексы трех фаз: твердый β -раствор на основе титана и ниобия (ОЦК-решетка); α -фаза (ГПУ-решетка) и неравновесная ω -фаза (ГП-решетка) (Рис. 1, вклейка). В объеме субзерен β -фазы присутствуют эллипсоидные частицы ω -фазы с размерами 10–20 нм, которые образовались по мартенситному механизму при закалке из области β -фазы сплава [18]. Отметим, что наличие ω -наночастиц способствует дисперсионному упрочнению сплава и повышает его механические свойства, такие как пределы прочности и текучести [7]. Среднее значение микротвердости сплава составило 3150 ± 100 МПа.

УМЗ структура в сплаве, сформированная в результате ИПД, обеспечивает повышение предела текучести $\sigma_{0.2}$, предела прочности σ_b при снижении уровня пластичности по сравнению с исходным литым КК состоянием. Предел текучести сплава в УМЗ состоянии увеличился до 690 МПа, а предел прочности — до 910 МПа по сравнению с КК состоянием: 390 МПа и 590 МПа, соответственно. Достижимая максимальная деформация до разрушения УМЗ сплава составила 6%. Повышение механических свойств УМЗ сплава обеспечивается за счет субструктурного упрочнения и дисперсионного упрочнения наночастицами ω -фазы.

На Рис. 2 представлены электронно-микроскопические изображения микроструктуры сплава после отжигов при 673, 773, 873, 973 и 1073 К. После отжига при температуре 673 К в сплаве уже наблюдаются признаки рекристаллизации. В локальных областях на изображениях микроструктуры появляются достаточно четкие границы субзерен и фрагментов (Рис. 2а). Происходит незначительный рост структурных элементов. На микродифракционной картине несколько уменьшается плотность рефлексов, расположенных по окружностям, и наблюдается уменьшение их азимутального размытия. Это свидетельствует о релаксационных процессах и формировании более равновесного состояния в сплаве с уменьшением величины остаточных внутренних напряжений и возвратом на границах субзерен. На светопольных изображениях присутствуют субзерна β -фазы с размерами 0.1–0.7 мкм, субзерна α -фазы с размерами 0.03–0.07 мкм и наночастицы ω -фазы. Средний размер структурных элементов составил 0.29 ± 0.1 мкм. Микротвердость при этом понижается до 2700 ± 100 МПа.

В ходе отжига при температуре 773 К процессы рекристаллизации идут более интенсивно. Большинство зерен после отжига имеют равноосную форму с четкими границами (Рис. 2б). Фазовый состав сплава при этом не меняется. В микроструктуре присутствуют зерна и субзерна β - и α -фаз, а также частицы ω -фазы. После отжига наблюдаются относительно крупные субзерна β -фазы, средний размер которых достигает 0.8 мкм, и зерна α -фазы с размерами до 0.2 мкм. Средний размер структурных элементов увеличивается до 0.5 ± 0.1 мкм, что соответствует УМЗ состоянию согласно принятой классификации [17]. Имеет место и дальнейшее снижение микротвердости до 2500 ± 100 МПа.

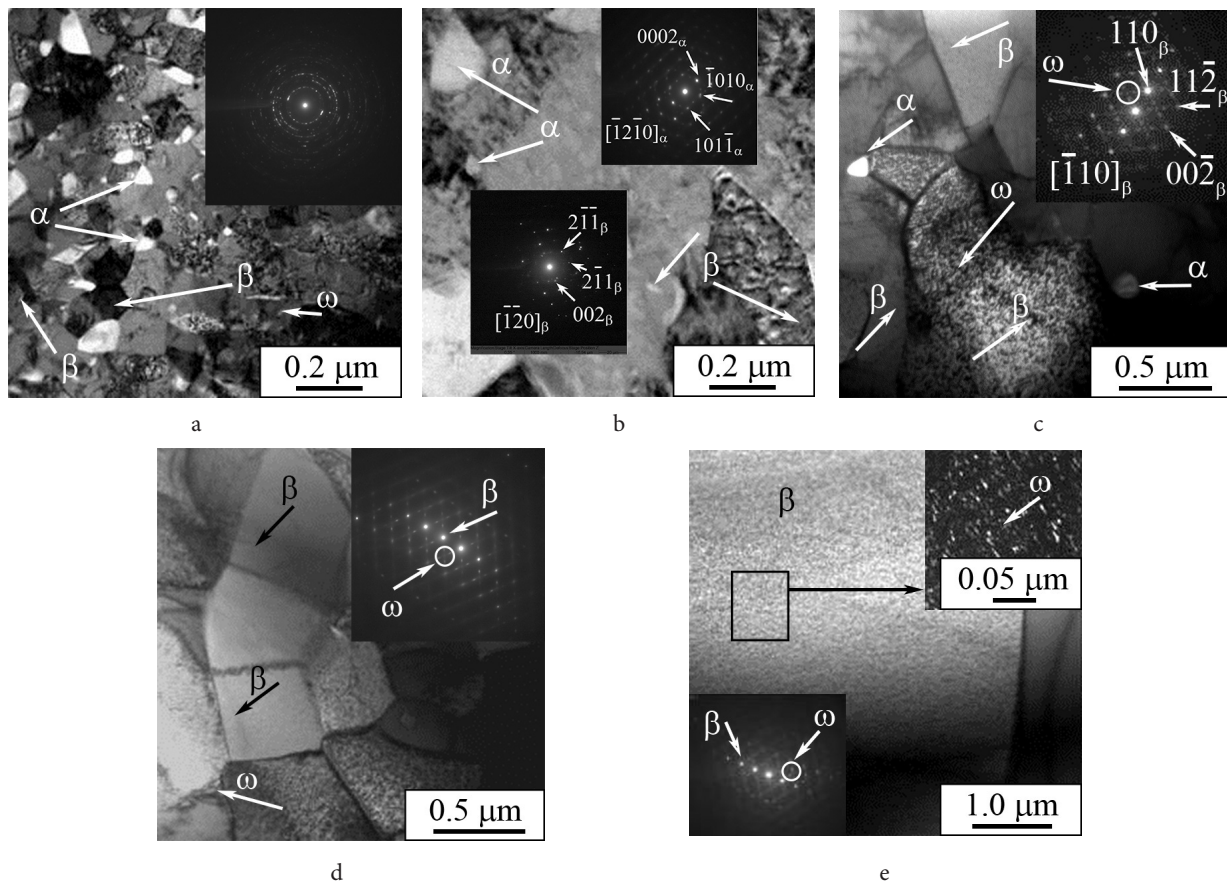


Рис. 2. Электронно-микроскопические светлопольные (а-е) и темнопольное в рефлексе ω -фазы (е, вклейка) изображения с соответствующими микродифракциями УМЗ сплава Ti-40 мас.% Nb после отжигов при температурах, К: 673 (а); 773 (б); 873 (с); 973 (д); 1073 (е). Стрелками показаны рефлексы от идентифицированных фаз и фазы.

Fig. 2. Electron microscope light-field (a-e) and dark-field in ω -phase reflex (e, inset) images with corresponding microdiffraction patterns of Ti-40 wt.% Nb UFG alloy after annealing at, K: 673 (a); 773 (b); 873 (c); 973 (d); 1073 (e). Reflexes of identified phases and phases by themselves are indicated with arrows.

Значительный рост зерна и активные процессы собирательной рекристаллизации происходят при температурах отжига 873 и 973 К. В этом случае средний размер зерен составил 1.1 ± 0.3 и 6.7 ± 3.0 мкм соответственно, что отвечает МЗ диапазону. При отжиге 873 К на ПЭМ-изображениях наблюдаются субзерна β -фазы с размерами 0.6–1.8 мкм и субзерна α -фазы с размерами 0.13–0.26 мкм (Рис. 2с). В результате отжига при 973 К зерна α -фазы уже не выявляются (Рис. 2д). На микродифракциях присутствуют точечные рефлексы от матричной β -фазы и экстрарефлексы от ω -фазы (Рис. 2д, вклейка). После отжигов при 873 и 973 К микротвердость значительно уменьшается, до 1840 и 1780 МПа, соответственно.

В ходе отжига при 1073 К происходит полная рекристаллизация. Практически все зерна имеют равноосную форму (Рис. 2е). На темнопольном изображении, полученном в рефлексах ω -фазы, внутри рекристаллизованных зерен β -фазы видны наночастицы (Рис. 2е, вклейка). Средний размер зерен β -фазы составил 40 ± 15 мкм, что соответствует КК состоянию. Микротвердость при отжиге продолжает уменьшаться до 1740 ± 100 МПа.

Для оценки объемной доли фаз в исследуемом сплаве проводили РСА-исследования. На Рис. 3 приве-

дены участки дифрактограмм для исследуемого сплава после отжигов.

На дифрактограммах для УМЗ состояния сплава обнаружены рефлексы от β - и α -фаз. После отжига при 673–873 К фазовый состав качественно не меняется. Доля α -фазы составляет 7 об.% (отжиг при 673 К). С повышением температуры отжига до 773 К объемная доля α -фазы увеличивается до 19% по сравнению с состоянием без отжига (6%). При 873 К объемная доля α -фазы уменьшается до 16%, а в интервале 873–1073 К происходит растворение α -фазы за счет трансформации α -фазы в β -фазу при нагреве [13,18]. На дифрактограммах для образцов, отожженных при 973 и 1073 К, присутствуют рефлексы, принадлежащие только β -фазе. Заметное уменьшение ширины рентгеновских линий β -фазы при указанных отжигах свидетельствует об активных процессах рекристаллизации, что согласуется с данными ПЭМ. Методом РСА ω -фазу не удалось идентифицировать, вероятно, вследствие ее малой объемной доли, которая согласно данным ПЭМ составляет около 3% объема для всех исследуемых образцов.

На Рис. 4 представлены зависимости среднего размера структурных элементов (кривая 1) и микротвердости (кривая 3) от температуры отжига для сплава

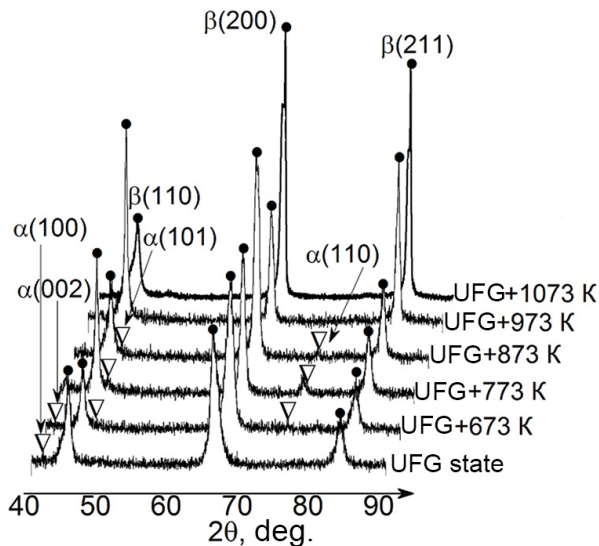


Рис. 3. Участки рентгеновских дифрактограмм сплава Ti-40 мас.% Nb в УМЗ состоянии и после отжигов в интервале температур 673–1073 K.

Fig. 3. Fragments of X-ray diffraction patterns of Ti-40 wt.% Nb alloy in UFG state and after annealing in the temperature range of 673–1073 K.

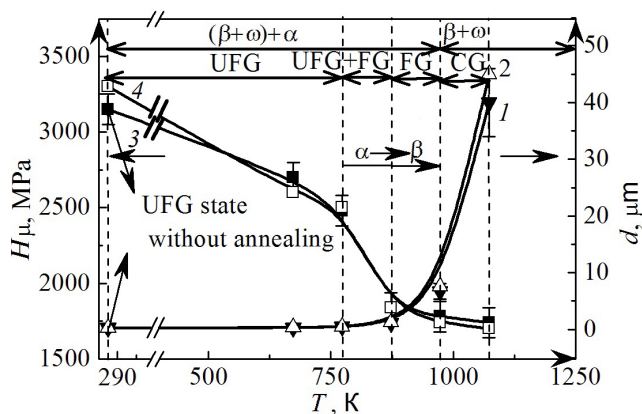


Рис. 4. Зависимости размера структурных элементов (1, 2) и микротвердости (3, 4) от температуры отжига сплавов Ti-40 мас.% Nb (1, 3) и Ti-45 мас.% Nb (2, 4), линиями показаны для каждой области фазового состояния сплава и температурные интервалы, соответствующие УМЗ, МЗ и КК состояниям, область перехода УМЗ состояния в МЗ состояние.

Fig. 4. Dependences of structural elements sizes (1, 2) and microhardness (3, 4) on annealing temperature of Ti-40 wt.% Nb (1, 3) and Ti-45 wt.% Nb (2, 4) alloys. For each area phase composition of the alloy and temperature ranges corresponding to the UFG, FG and CG state and UFG into FG state transformation area are indicated with the lines.

Ti-40 мас.% Nb. Дополнительно на графике показаны аналогичные зависимости (кривые 2, 4) и для УМЗ титан-ниобиевого сплава с содержанием ниобия 45 мас.% при отжигах в том же диапазоне температур согласно данным работы [14]. Средний размер структурных элементов сплава Ti-45 мас.% Nb в УМЗ состоянии составил 0.25 мкм, а объемная доля α -фазы — 5 об.%. На рисунке показаны температурные интервалы, соответствующие УМЗ, МЗ и КК состояниям, а также область перехода УМЗ состояния в МЗ состояние.

Видно, что для двух сплавов с увеличением температуры отжига наблюдается общая тенденция к росту элементов структуры и к уменьшению микротвердости. При этом в УМЗ состоянии и после отжигов средние значения размера структурных элементов и микротвердости сплавов с содержанием ниобия 40 и 45 мас.% отличаются незначительно. В переходной области, соответствующей температурному интервалу 773–973 K, структура состоит из дисперсно-упрочненных ω -фазой β -субзерен и α -субзерен, как и для исходного УМЗ состояния. Указанный температурный интервал характеризуется трансформацией структуры сплавов из УМЗ в мелкозернистую, превращением по схеме $\alpha \rightarrow \beta$ и перераспределением фазового состава, что сопровождается активным ростом структурных элементов и заметным падением микротвердости. Титан-ниобиевые сплавы с содержанием ниобия 40 и 45 мас.% в УМЗ состоянии имеют подобные закономерности структурно-фазовых превращений при отжигах.

4. Заключение

Комбинированным методом ИПД в сплаве Ti-40 мас.% Nb сформирована УМЗ структура со средним размером структурных элементов 0.28 мкм. В УМЗ состоянии сплав имеет многофазную структуру, представленную дисперсно-упрочненными наночастицами ω -фазы β -субзернами, и α -субзернами.

После отжигов в интервале 673–873 K фазовый состав УМЗ сплава Ti-40 мас.% Nb не меняется. Однако в указанном интервале отжигов наблюдается перераспределение объемной доли α -фазы. При этом температурный интервал 773–973 K соответствует трансформации УМЗ структуры с фазовым $(\beta + \omega + \alpha)$ -составом в мелкозернистую структуру, состоящую из β - и ω -фаз с фазовым превращением по схеме $\alpha \rightarrow \beta$. При температурах выше 973 K происходит активная рекристаллизация, сопровождающаяся быстрым ростом зерна дисперсно-упрочненной β -фазы, переходом сплава в КК состояние и значительным падением микротвердости. Подобные закономерности структурно-фазовых превращений при отжигах в указанном температурном интервале наблюдаются и для УМЗ сплава Ti-45 мас.% Nb. Изменение концентрации ниобия в интервале 40 и 45 мас.% для УМЗ титан-ниобиевого сплава не оказывает существенного влияния на структурно-фазовые превращения при отжигах.

Благодарности/Acknowledgements. Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2017–2020 годы, Программа III. 23.2. Исследования выполнены на оборудовании центра коллективного пользования «Нанотех» ИФПМ СО РАН. / The work was carried out within the framework of the Program of fundamental research of the state academies of Sciences for 2017–2020, direction III. 23.2. Study was carried out with the equipment of “Nanotech” common use center ISPMS SB RAS.

Литература/References

1. M. Niinomi, Y. Liu, M. Nakai, H. Liu, H. Li. Regenerative Biomaterials. 3 (3), 173 (2016). [Crossref](#)
2. Q. Chen, G. A. Thouas. Materials Science and Engineering: R: Reports. 87, 1 (2015). [Crossref](#)
3. X. Liu, S. Chen, J.K. H. Tsoi, J. Pekka. Matinlinna Regenerative Biomaterials. 4 (5), 315 (2017). [Crossref](#)
4. H.M. Ozaki. Mater. Transac. Tomomichi. 45 (8), 2776 (2004). [Crossref](#)
5. A. Helth, S. Pilz, T. Kirsten, L. Giebeler, J. Freudenberger, M. Calin, J. Eckert, A. Gebert. J. Mech. Behavi. Biomed. Mater. 65, 137 (2017). [Crossref](#)
6. A. Reck, S. Pilz, U. Thormann, V. Alt, A. Gebert, M. Calin, C. Hei, M. Zimmermann. MATEC Web of Conferences. 165, 06001 (2018). [Crossref](#)
7. A. Panigrahi, B. Sulkowski, T. Waitz. J. Mechan. Behav. Biomed. Mater. 62, 93 (2016). [Crossref](#)
8. R.Z. Valiev, A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon. Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications. John Wiley & Sons, New Jersey (2014) 456 p. [Crossref](#)
9. V. Brailovski, S.D. Prokoshkin, K. Inaekyan, S. Dubinsky, Y. Zhukova, V. Sheremetyev, A. Konopatsky. Mater. Sci. Found. 81–82, 342 (2015). [Crossref](#)
10. Yu. P. Sharkeev, A. Yu. Eroshenko, I. A. Glukhov, Q. Zhu, A. I. Tolmachev. AIP Conf. Proc. 1683, 567 (2014). [Crossref](#)
11. A. Yu. Eroshenko, A. M. Mairambekova, Yu. P. Sharkeev, Zh. G. Kovalevskaya, M. A. Khimich, P. V. Uvarkin. Letters on materials. 7 (4), 469 (2017). [Crossref](#)
12. K. Ozaltin, W. Chrominski, M. Kulczyk, A. Panigrahi, J. Horky, M. Zehetbauer, M. Lewandowska. J. Mater. Sci. 49, 6930 (2014). [Crossref](#)
13. M. Bönsch, A. Panigrahi, M. Calin, T. Waitz, M. Zehetbauer, W. Skrotzki, J. Eckert. J. Alloys and Compounds. 697, 300 (2017). [Crossref](#)
14. A. Yu. Eroshenko, Yu. P. Sharkeev, I. A. Glukhov, P. V. Uvarkin, A. M. Mairambekova, A. I. Tolmachev. Russian Physics Journal. 61 (10), 1899 (2019). [Crossref](#)
15. M. Ladd, R. Palmer. In: Structure Determination by X-ray Crystallography. Analysis by X-rays and Neutrons. Springer, New York (2013) 784 p. [Crossref](#)
16. ASTM E1382–97 (2010). Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis.
17. E. V. Kozlov, A. M. Gleser, N. A. Koneva, N. A. Popova, I. A. Kurzina. Osnovy plasticheskoy deformatsii nanostrukturnykh materialov. Moscow, PHYSMATHLIT (2016) 304 p. (in Russian) [Э. В. Козлов, А. М. Глезер, Н. А. Конева, Н. А. Попова, И. А. Курзина. Основы пластической деформации наноструктурных материалов. Москва, ФИЗМАТЛИТ (2016) 304 с.].
18. E. W. Colings. Physical Metallurgy of Titanium Alloys. Metals Park, OH: American Society for Metals. Physical Description (1984) 261 p.